



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



**RAFAEL SCHNEIDER**  
CIRURGIÃO - DENTISTA

**Influência do tratamento de superfície e do  
condicionador na resistência à  
microtração da união entre o Titânio  
comercialmente puro e cimentos resinosos.**

Tese apresentada à  
Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba da  
Universidade Estadual de  
Campinas, para a obtenção  
do título de Doutor em  
Materiais Dentários.

**PIRACICABA**  
**2003**





**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**

**FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**



**RAFAEL SCHNEIDER**  
**CIRURGIÃO – DENTISTA**

**Influência do tratamento de superfície e do  
condicionador na resistência à  
microtração da união entre o Titânio  
comercialmente puro e cimentos resinosos.**

Tese apresentada à  
Faculdade de Odontologia  
de Piracicaba da  
Universidade Estadual de  
Campinas, para a obtenção  
do título de Doutor em  
Materiais Dentários.

**Orientador : Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**

**Co-Orientador: Prof. Dr. Mario Fernando de Góes**

**PIRACICABA**  
**2003**

### **Ficha Catalográfica**

Sch58i	<p>Schneider, Rafael.</p> <p>Influência do tratamento de superfície e do condicionador na resistência à microtração da união entre o titânio comercialmente puro e cimentos resinosos. / Rafael Schneider. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2003.</p> <p>xiii, 133p. : il.</p> <p>Orientadores : Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, Prof. Dr. Mario Fernando de Góes.</p> <p>Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Materiais dentários. 2. Adesão. 3. Resinas compostas. 4 Odontologia. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Góes, Mario Fernando de. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título.</p>
--------	--

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marilene Girello CRB/8-6159, da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP.





## **Dedico este trabalho:**

À minha esposa, amiga e companheira **FABIANA**, pelo amor, carinho e paciência dedicados a mim em todos os momentos, pelos conselhos e apoios dados e principalmente pelo exemplo de dedicação, inteligência e capacidade profissional.

Aos meus pais **RENÊ e ELENA** pela dedicação, exemplo e amor incondicional dados a mim e às minhas irmãs.

Às minhas irmãs **FABIANA e LETICIA** pela compreensão, paciência e atenção dadas na convivência familiar.

A **DEUS** por todas as coisas.

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

Ao Professor Doutor **LOURENÇO CORRER SOBRINHO** , Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pelo exemplo como pessoa, profissional e pesquisador, orientações, conhecimento científico e , principalmente, pela oportunidade dada a mim para a realização deste curso de Doutorado.

Ao Professor Doutor **MARIO FERNANDO DE GOES**, Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba - UNICAMP, pela atenção, paciência e orientação dispensadas a mim durante a realização deste trabalho e como exemplo de pessoa e pesquisador.

**Meus sinceros agradecimentos.**



## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Professor Doutor **ÉLIO MEZZOMO**, Adjunto das Disciplinas de Prótese e Oclusão do Curso de Odontologia da Universidade Luterana do Brasil, e aos Professores Mestres **LUIZ ANTÔNIO GAIESKI PIRES**, Adjunto das Disciplinas de Prótese e Oclusão do Curso de Odontologia da Universidade Luterana do Brasil e **ÁLVARO K. DILLENBURG**, Substituto do Departamento de Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, pelo exemplo de pesquisadores e apoio profissional dados durante a realização deste trabalho.

Ao Professor Doutor **MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI**, Adjunto da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, pela amizade, pelos conhecimentos transmitidos e pelo auxílio na realização da análise estatística dos resultados.

Ao Professor Livre-Docente **GUILHERME ELIAS PESSANHA HENRIQUES**, da Área de Prótese Dental da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, pelo empréstimo do laboratório de Prótese e seus equipamentos e pela orientação na realização das fundições.

Ao Professor Mestre e Coordenador do Curso de Odontologia da Universidade Luterana do Brasil **CARLOS MANUEL PAREJA CÁCERES**, pela atenção, compreensão e aposta em mim depositadas para a realização do curso de doutorado.

**Meus sinceros agradecimentos.**

## AGRADECIMENTOS

À Direção da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, na pessoa de seu Diretor Professor Doutor **THALES ROCHA DE MATTOS FILHO** e do Diretor Associado Professor Doutor **MARIO FERNANDO DE GOES**.

Ao Professor Doutor, **SIMONIDES CONSANI**, Titular da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP Adjunto da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP pelos conhecimentos e atenção dados durante os cursos de mestrado e doutorado.

Ao Professor Doutor **JOÃO FELIPE MOTA PACHECO**, Adjunto da disciplina de Materiais Dentários das Faculdades de Odontologia da UFRGS pela amizade e vetor para o início da minha carreira como docente e pesquisador.

Ao técnico Especializado da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP, Engenheiro **MARCOS BLANCO CANGIANI** pelo auxílio na realização dos ensaios mecânicos e pela confecção das matrizes utilizadas neste trabalho.

A Senhora **SELMA A. B. SEGALLIA**, funcionária do laboratório da Área de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP, pelo auxílio nas atividades de laboratório.

Aos órgão de suporte financeiro para pesquisa, **CONSELHO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO – CNPq, CAPES E FAPESP** pelo auxílio financeiro dado, sem o qual seria impossível a realização deste ou de qualquer outro trabalho científico realizada nesta instituição.

Aos colegas de curso, amigos e “segunda família” **ALYSSON, ANA MARIA, ANDRESA, DANILO, GILBERTO, JANAÍNA, JOHNSON, MÁRCIA, MARCOS e PAULO** pela amizade e companheirismo em todos os momentos.

A todos não citados que, de algum modo, contribuíram para a realização deste estudo.

**Todos os meus agradecimentos.**

## SUMÁRIO

	Pág.
RESUMO	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUÇÃO	5
2. REVISÃO DA LITERATURA	11
3. PROPOSIÇÃO	61
4. MATERIAIS E MÉTODO	63
4.1 MATERIAIS	63
4.2 MÉTODO	66
4.2.1 Confecção das amostras	66
4.2.2 Preparação dos cilindros de Titânio para o procedimento de fixação	69
4.2.3 Procedimentos de união nos cilindros de Titânio	70
4.2.4 Ensaio de microtração	73
4.2.5 Análise do tipo de fratura	75
5. RESULTADOS	77
5.1 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À MICROTRAÇÃO	77
5.2 ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA	86
6. DISCUSSÃO	95
7. CONCLUSÃO	103
REFERÊNCIAS	105
APÊNDICE	119

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos do jateamento com óxido de Alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 50 micrometros ( $\mu\text{m}$ ) e polimento na resistência de união de dois cimentos resinosos de dupla ativação ao Titânio comercialmente puro (c.p.) grau 2 (Rematitan® - Dentaaurum) com e sem a aplicação prévia de condicionantes para metal, por meio do teste de microtração. Oitenta cilindros (1,3mm x 10 mm) de Titânio c.p. foram fundidos, desgastados e uma de suas extremidades polida com lixas de granulação números 180, 400, 600 e 1000. Quarenta espécimes foram jateados com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50  $\mu\text{m}$  na extremidade de teste, sendo que 10 espécimes foram unidos a cilindros de cimento resinoso Panavia Fluoro Cement (Kuraray) com a aplicação prévia do condicionante para metal (Alloy Primer - Kuraray), 10 espécimes a cilindros do cimento resinoso Panavia Fluoro Cement sem a aplicação prévia do condicionante para metal, 10 espécimes a cilindros do cimento resinoso Rely X ARC (3M Dental Products) com a aplicação prévia do condicionante para metal composto por silano (Ceramic Primer – 3M Dental Products) e 10 espécimes a cimento resinoso Rely X ARC sem a aplicação prévia do condicionante para metal. Os 40 cilindros restantes foram unidos pela mesma técnica descrita acima gerando, com os grupos de cilindros jateados, 8 Grupos: Grupo1- Panavia Fluoro Cement (PF) polido com condicionante (MC) ; Grupo 2– PF polido sem MC; Grupo 3- PF jateado com MC; Grupo 4 – PF jateado sem MC; Grupo 5(G5)- Rely X(RX) polido com MC; Grupo 6(G6)- RX polido sem MC; Grupo 7(G7)- RX jateado com MC; Grupo 8(G8)- RX jateado sem MC. Após 24 horas de armazenagem em água destilada a 37°C, os

corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de microtração e os resultados à análise de variância (0,05) e as médias ao teste de Tukey (0,05). A análise estatística mostrou que o valor médio de resistência à microtração alcançado pelos Grupos do cimento resinoso Panavia Fluoro Cement (13,4 MPa) foi estatisticamente diferente com valor maior do que o alcançado pela cimento resinoso Rely X ARC ( 7,6 MPa). O valor médio de resistência à microtração alcançado pelos Grupos polidos (8,77 MPa) foi estatisticamente inferior ao alcançado pelos Grupos jateados com óxido de Alumínio 50  $\mu$ m (12,26 MPa). Resultado semelhante ocorreu nos valores médios de resistência à tração entre os Grupos onde aplicou-se o condicionante para metal (12,08 MPa) e os Grupos sem a aplicação deste (8,95 MPa). A utilização do cimento resinoso Panavia Fluoro Cement, do jateamento com óxido de Alumínio 50  $\mu$ m e o uso de condicionantes de metal apresentaram os maiores valores de resistência à microtração. A maior parte dos espécimes dos Grupos com utilização do cimento resinoso Panavia Fluoro Cement apresentaram fratura do tipo mista com predominância coesiva no cimento resinoso e os Grupos com utilização do cimento resinoso Rely X ARC apresentaram fratura do tipo mista com predominância adesiva.

Palavras-chave: **Titânio**

**Adesão**

**Resina composta**

**Odontologia**

**Tração: Materiais Dentários**

## ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate the surface preparation and metal conditioner priming effects on bonding of two adhesive luting composite systems to cast titanium. Eighty rod specimens (1.3mm diameter X 10mm high) cast from 99.7% pure Titanium (Rematitan™Dentaurum) were ground (#180, #400, #600 and #1000 abrasive papers). Forty specimens were sandblasted with 50µm aluminium oxide. A rod (1.3mm diameter) of Panavia Fluoro Cement™ (Kuraray) or RelyX ARC™ (3M) were bonded on the specimens surfaces. In half specimens of each composite the metal conditioners recommended by manufacturers were applied on the surface before the bonding of the composites. Thus, eight test groups resulted : Group1(G1)-Panavia Fluoro Cement bonded to polished titanium with metal conditioner (MC); Group2(G2)-Panavia Fluoro Cement bonded to polished titanium without MC; Group3(G3)-Panavia Fluoro Cement bonded to sandblasted titanium with MC; Group4(G4)-Panavia Fluoro Cement bonded to sandblasted titanium without MC; Group5(G5)-Rely X ARC bonded to polished titanium with MC; Group6(G6)-Rely X ARC bonded to polished titanium without MC; Group7(G7)-Rely X ARC bonded to sandblasted titanium with MC; Group(G8)-Rely X ARC bonded to sandblasted titanium without MC. After 24h 37°C water storage the microtensile bond strength (MTBS) test was performed. Three way ANOVA (0.05) and Tukey's tests (0.05) were used to statistical analysis. The statistical analysis revealed that MTBS values were affected by all factors tested. The Panavia Fluoro Cement microtensile bond strength mean value



(13.4 MPa ) was greater and statistically different than the Rely X ARC (7.6 MPa). The polishing surface treatment showed different statistical mean value ( 8.77 MPa) from the 50  $\mu$ m Alumina air abrasion (12.26 MPa), as well as the metal conditioner utilisation (12.08 MPa) or not (8.95MPa). The Panavia Fluoro Cement , Alumina air abrasion and metal conditioners applying caused the greater microtensile bond strength mean values. The Panavia Fluoro Cement Groups showed, in a general form, a mixture of composite resin cohesive and metal/resin adhesive failures with cohesive predominance and the Rely X ARC Groups of composite resin cohesive and metal/resin adhesive failures with adhesive predominance.

Keywords: **Titanium**

**Adhesion**

**Composite Resin**

**Dentistry**

**Tensile Test – Dental Materials**

## 1. INTRODUÇÃO

Os metais e ligas metálicas, como materiais restauradores diretos ou indiretos, exercem papel de fundamental importância na Odontologia desde o seu princípio como ciência até os dias de hoje. Como exemplo temos o Ouro coesivo, bem como o amálgama de Prata, que estão entre os primeiros materiais utilizados para a restauração direta na história da Odontologia (VAN NOORT, 1994). Contudo, os metais e suas ligas somente começaram a ser utilizados amplamente de maneira indireta após a introdução da técnica de fundição da cera perdida (TAGGART, 1907), através da qual obtém-se fundições mais precisas, resultando em restaurações indiretas com adaptação marginal e anatomia adequados ao uso clínico.

Com isso, as ligas de Ouro e de outros metais nobres foram desenvolvidas para a aplicação específica na Odontologia como materiais restauradores indiretos, tanto para utilização em incrustações como para substituição de próteses fixas unitárias ou múltiplas. Apesar das excelentes propriedades físicas e adaptação marginal dessas ligas de metais nobres, sobretudo as de alto conteúdo de Ouro, os sucessivos aumentos de preço desses metais provocaram o desenvolvimento de outras ligas metálicas com propriedades semelhantes e com custo menor. Assim, ligas compostas de Níquel (Ni), Cobalto, e Titânio foram desenvolvidas e utilizadas preferencialmente na realização de trabalhos odontológicos indiretos (BOENING *et al.*, 1992; VAN NOORT, 1994; ANUSAVICE, 1998; )

O Titânio e suas ligas não foram desenvolvidos especificamente para Odontologia, mas adaptadas da indústria aeronáutica, naval e espacial, e foram introduzidas na Odontologia a partir dos trabalhos de BRANEMARK *et al.* (1969). Estes autores, a partir de experimentos para o registro da microcirculação óssea, começaram a observar que o equipamento utilizado para captação de imagens, que era constituído de Titânio, após alguns meses de permanência dentro do tecido ósseo de cobaias, unia-se firmemente a este tecido, sendo somente possível a sua remoção após o corte do tecido mineralizado adjacente. Assim, foi despertado o interesse destes pesquisadores para a capacidade do Titânio em produzir a união efetiva com o tecido ósseo, denominada ósseointegração, fazendo-os desenvolver sistemas de implantes radiculares metálicos ósseointegrados para a reposição de elementos dentais perdidos. O sucesso deste metal como material para implantes, associado as suas excelentes propriedades físicas, químicas e biológicas (KING *et al.*, 1994; WANG & FENTON, 1996; TAYLOR *et al.*, 1998; YLMAZ & DINÇER, 1999; CANAY *et al.*, 1998) instigou os pesquisadores a utilizarem-no também como material restaurador em outras situações clínicas como: subestrutura em próteses removíveis (WATERSTRAT *et al.*, 1978; BLACKMAN *et al.*, 1991; KONONEN *et al.* 1995; WAKABAYASHI & MINORU, 1997) e em prótese parciais fixas unitárias e múltiplas (WATANABE *et al.*, 1988; ANDERSSON *et al.*, 1989; TAIRA *et al.*, 1989; BERGMAN *et al.*, 1989; BESSING & BERGMAN, 1992; GIVAN *et al.*, 1995), pinos endodônticos (MILLER *et al.*, 1998) e base para prótese total (TAIRA *et al.*, 1997).

Apesar das propriedades físicas, químicas e biológicas do Titânio já estarem bem estabelecidas, a relação deste metal e das outras ligas metálicas

odontológicas para prótese fixa com os materiais de fixação têm sido estabelecida somente sobre os conceitos da união mecânica produzida pelo cimento de fosfato de Zinco. Todavia, o desenvolvimento dos sistemas de união e dos cimentos resinosos possibilitou, além da união micro-mecânica, a união química entre a subestrutura metálica de restaurações indiretas e os cimentos resinosos (SMITH *et al.* 1991; IMBERY *et al.*, 1991; YOSHIDA *et al.*, 1993; YOSHIDA *et al.*, 1997; GÓES, 1998 ).

Em 1973, ROCHETTE verificou a efetiva união entre a resina composta Sevriton, com a aplicação prévia de agente de silanização, à estrutura de uma contenção composta de liga de Ouro tipo IV. Posteriormente, pelo descrédito da efetividade da união química, outros mecanismos que aumentavam a união mecânica dos cimentos resinosos com o substrato metálico foram desenvolvidos: condicionamento eletrolítico (LIVADITIS & THOMPSON, 1982; TANAKA *et al.*, 1986), micro-retenções com ataque eletro-químico e recobrimento com sílica pirogênica (CAEG *et al.*, 1990; ISIDOR *et al.*, 1991) e o jateamento com óxido de Alumínio (OZCAN *et al.*, 1998; GOHARIAN *et al.*, 2002).

Somente após as publicações de trabalhos como de FERRARI *et al.* (1987), atestando a alta capacidade de monômeros resinosos derivados de ácidos, como o 10-Metacrilóiloxidecil di-Hidrogênio Fosfato (10-MDP) e o 4-Metacrilóiloxietil Trimelitato Anidro (4-META), dentre outros, de unirem-se quimicamente ao substrato metálico, o desenvolvimento e a pesquisa de materiais poliméricos com estas características foram iniciados.

Em 1990, MATSUMURA *et al.* relataram o estabelecimento de união efetiva de resinas compostas de metil metacrilato (MMA), associadas ao uso de

monômeros resinosos derivados de ácidos (10-MDP e 4-META), com o Titânio. A partir deste momento, diversos autores (ATTA *et al.*, 1990; DIXON *et al.*, 1994; FUJISHIMA *et al.*, 1995; TAIRA & IMAI, 1995; TAIRA *et al.*, 1995 e 1997; MAY *et al.*, 1997; WATANABE *et al.*, 1999; YANANGIDA *et al.*, 2002) começaram a testar e comprovar a capacidade de monômeros resinosos derivados de ácido carboxílico (4-META) ou fosfórico (10-MDP), de titanatos ou silanos em promover a união de diversas resinas compostas com a camada superficial de óxidos do Titânio. Tal camada é formada instantaneamente ( $10^{-9}$  segundo) sobre a superfície do Titânio durante sua fundição, devido a alta reatividade deste metal com elementos como oxigênio, carbono, hidrogênio e nitrogênio. Esta camada forma-se novamente sobre a superfície do Titânio mesmo após a sua remoção, apresentando firme aderência ao metal base e estabilidade química, apesar de delgada (50 a 100 Ângstrons) (HANSSON, 1990; LAUTENSHLAGER & MONAGHAN, 1993; SYVERUD & HERO, 1995; BERG *et al.*, 1996; STRIETZEL *et al.*, 1998; FERENCZI *et al.*, 1998, TAYLOR *et al.*, 1998).

A camada de óxidos forma-se praticamente em todo metal ou liga metálica odontológica não-nobre ou com baixo conteúdo de Ouro. Segundo OHNO *et al.* (1998<sup>a</sup>), esta película é de fundamental importância para o mecanismo de união química entre estes metais e os monômeros resinosos presentes nos compósitos de fixação. Estes autores relatam o mecanismo, chamado mecanismo de Bolger, onde ocorreria a interação eletrostática entre ácidos ou bases dos polímeros e os grupamentos hidroxila da camada superficial de óxidos do metal, tendo como base os valores do ponto isoelétrico dos óxidos metálicos e a constante de dissociação ácida dos polímeros.

A utilização em diversas situações clínicas, como em restaurações diretas , cimentação de restaurações indiretas e pinos intra-canal, e a união físico/química efetiva com diversos substratos (esmalte, dentina, cerâmicas, polímeros e metais) que as resinas compostas e os sistemas de união atuais possuem, tornou estes materiais os de primeira escolha na clínica odontológica (ADACHI *et al.*, 1990; CAUGHMAN *et al.*, 2001). Soma-se a isto a presença da ativação química e física (dupla ativação) que a maioria dos cimentos resinosos atuais apresentam, aumentando a resistência de união inicial, diminuindo solubilidade e o deslocamento da restauração (ativação física) e aumentando o grau de polimerização, mesmo em locais onde a luz visível não atinja (ativação química), tendo assim a preferência do profissional na escolha de um material para fixação de restaurações indiretas de qualquer natureza (BURROW *et al.* 1996).

Em relação ao Titânio e suas ligas utilizados como material restaurador indireto, não há informações concretas quanto à real efetividade dos agentes condicionantes, assim como os tratamentos superficiais que aumentaria as condições de união entre o metal e os diferentes materiais de fixação.



## 2- REVISÃO DA LITERATURA

TAGGART, em 1907, descreveu a adaptação da técnica de fundição da cera perdida para a confecção de restaurações indiretas na odontologia. O autor relatou que esta técnica produziria restaurações pequenas em Ouro fundido muito mais precisas do que a técnica direta de Ouro coesivo. Descreveu assim, a necessidade da confecção de um padrão em cera, inclusão deste em revestimento, eliminação da cera em forno adequado e a fundição do Ouro com maçarico e injeção do metal líquido para dentro do molde através de força centrífuga.

BRANEMARK *et alii* (*et al.*), em 1969, em um trabalho que avaliou a eficácia de implantes osseointegrados na mandíbula de humanos, descreveram o fenômeno da osseointegração e sua casual descoberta através do sistema óptico utilizado para observação de tecidos vivos. Os autores perceberam, que ao colocarem o sistema dentro de lojas ósseas, ocorria, após alguns meses, a completa interação do tecido ósseo com a estrutura de Titânio do sistema de câmeras, tornando-se impossível a sua remoção sem o corte do tecido ósseo adjacente ao sistema. Encontraram, após a avaliação clínica, que ocorrera união efetiva dos implantes com o tecido ósseo, promovendo estabilidade e retenção aos mesmos.

ROCHETTE, em 1973, descreveu a utilização de um silano (Fusion) aplicado previamente na superfície de um *splint* de Ouro tipo IV para promover a união da resina composta Sevricon com esta superfície. O silano foi aplicado na



superfície do Ouro e sobre ele a resina composta foi colocada. O *splint* foi posicionado na face lingual dos dentes anteriores inferiores de um paciente e a resina composta polimerizada. Clinicamente, o autor observou boa união da resina composta, com a utilização do silano, com o Ouro tipo IV.

Em 1978, WATERSTRAT *et al.* relataram a utilização de uma liga de Titânio, Cobre e Níquel para a confecção de estruturas metálicas para prótese removível. Foi utilizada somente a expansão térmica do revestimento, sendo considerada desnecessária a expansão higroscópica. A liga foi fundida a temperatura de 2800 °F em atmosfera de Argônio. As estruturas foram acabadas, polidas e suas superfícies analisadas. Os autores observaram que a superfície da liga metálica se apresentava lisa e com detalhes nítidos, sendo as estruturas das próteses adequadas para o uso clínico.

Em 1981, ADELL *et al.*, descreveram um sistema de implante dentário composto de parafusos de Titânio comercialmente puro que eram rosqueados em nichos intra-ósseos preparados com um sistema específico de brocas. Estes implantes foram aplicados em 371 pacientes no período de Julho de 1965 a Setembro de 1980, tendo seu desempenho avaliado pelos autores durante este período. Os autores descreveram que ocorreu união firme, íntima e duradoura entre o Titânio e o tecido ósseo e que 89% dos implantes na maxila e 91% na mandíbula continuavam estáveis após o período de 5 a 9 anos.

LIVADITIS & THOMPSON, em 1982, avaliaram o ataque eletrolítico como método de criação de retenções em uma liga de metal básico para a união com compósitos odontológicos. Discos de 1cm<sup>2</sup> de área da liga Biobond C&B foram

fundidos. Os discos foram polidos, presos em eletrodos e as áreas expostas recobertas com cera. Uma corrente elétrica foi aplicada nos eletrodos contendo os discos em uma solução de ácido nítrico, produzindo o desprendimento de partículas do metal o que resultou em uma superfície irregular e retentiva. Os autores acharam, após teste de resistência de união e análise em microscopia óptica e eletrônica de varredura, que este novo método foi eficaz para a promoção de uma superfície retentiva, resultando em união eficaz com as resinas compostas.

Em 1986, TANAKA *et al.* avaliaram a resistência à tração das ligas de Níquel-Cromo (Ni-Cr) Rexillum e SB-Bondalloy e das ligas de Cobalto – Cromo (Co-Cr) Biocast e Durallium JD submetidas a processos de oxidação e jateamento com óxido de Alumínio e unidas a um cimento resinoso composto de Metil Metacrilato (MMA) iniciado por tri-Butil Borano (TBB) contendo 4-META. Os autores acharam que o cimento resinoso contendo 4-META promoveu união eficaz com as ligas de Ni-Cr e Co-Cr avaliadas, pois este monômero se uniria fortemente à camada de óxidos presente na superfície das ligas. Porém, se esta camada de óxidos fosse aumentada em espessura pela excessiva oxidação do metal, a resistência de união diminuiria muito.

FERRARI *et al.*, em 1987, propuseram a utilização de um monômero resinoso derivado do ácido fosfórico em substituição ao condicionamento eletrolítico para a união de uma estrutura metálica de prótese fixa de Ni-Cr. Os autores utilizaram somente o jateamento com óxido de Alumínio de 50 micrometros ( $\mu\text{m}$ ) previamente a aplicação, no metal, do sistema do cimento

resinoso Panavia-Ex contendo o monômero ácido 10-MDP. Após união da estrutura metálica em 40 dentes humanos, armazenagem em água e termociclagem, os espécimes foram cortados longitudinalmente e observados em microscopia óptica e eletrônica de varredura. Os autores encontraram que o cimento resinoso não se uniu adequadamente ao metal, apresentando zonas de falha e que a espessura de película do cimento resinoso foi de 40 a 45  $\mu\text{m}$ .

MATSUMURA *et al.*, em 1988, avaliaram a resistência à tração de um cimento resinoso composto de MMA/TBB, contendo 4-META, unido a uma liga de Co-Cr. Discos da liga metálica foram confeccionados, polidos com lixa 600 e jateados com óxido de Alumínio (50 $\mu\text{m}$ ). Uma fita adesiva com orifício central de cinco milímetros de diâmetro foi fixada na superfície jateada do disco e estes foram unidos aos pares com o cimento resinoso contendo 4-META. Um Grupo foi unido com um cimento resinoso sem 4-META para controle. Os valores de resistência de união à tração foram de  $34,4 \pm 2$  Mega Pascal (MPa) para os espécimes unidos com cimento resinoso com 4-META e de 30,4 MPa para o cimento resinoso sem 4-META. Os autores concluíram que o cimento resinoso contendo 4-META produziu maiores valores de resistência à tração, pois este monômero promoveu união química com a liga de Co-Cr.

WATANABE *et al.*, em 1988, considerando que a fixação de próteses adesivas dependia de retenções mecânicas, produzidas na superfície do metal por ataque eletrolítico ou jateamento de óxido de Alumínio, e da união química entre óxidos metálicos da superfície do metal e o cimento adesivo, avaliaram a resistência à tração dos cimentos resinosos ABC, Panavia EX, SuperBond C&B,

Ken Maryland Bridge Cement e Conclude unidos às ligas de Ouro tipo IV e de Ni–Cr. A superfície dos metais foi submetida ao jateamento com óxido de Alumínio (50µm), à eletrodeposição com Estanho ou ao ataque eletrolítico. Os maiores valores de resistência à tração foram obtidos com o cimento SuperBond C&B seguido do cimento Panavia Ex em todas as ligas utilizadas, independentemente do tratamento superficial. Para os autores, o bom desempenho destes cimentos foi devido à união dos monômeros resinosos ácidos 4-META (SuperBond C&B) e MDP (Panavia Ex) com a camada de óxidos formada na superfície da liga de Ni–Cr ou com o Estanho eletrodepositado na superfície do Ouro.

Em uma revisão de literatura das ligas de Titânio, TAIRA *et al.*, em 1989, destacaram as propriedades do Titânio comercialmente puro, como baixa densidade, adequada resistência mecânica, boa resistência à corrosão, excelente biocompatibilidade e custo razoável. Ainda relataram a alta reatividade do Titânio com o Oxigênio em temperaturas elevadas e o uso do metal em bases de dentadura e coroas fixas. Os autores avaliaram também as propriedades mecânicas, estrutura metalúrgica e resistência à corrosão do Titânio e as ligas de Titânio-Alumínio-Vanádio, Titânio-Vanádio, Titânio-Cobre e Titânio-Paládio, e encontraram que as propriedades mecânicas do Titânio comercialmente puro são similares às das ligas de Ouro tipo IV.

ANDERSSON *et al.*, em 1989, avaliaram o desempenho clínico de 205 coroas com estrutura de Titânio confeccionada através da eletroerosão e desgaste mecânico, instaladas há três anos em 149 pacientes. Os autores afirmaram que os procedimentos de fundição pela técnica da cera perdida eram de difícil execução

com o Titânio, por isso a eletroerosão e o desgaste mecânico de bastões de Titânio seria o melhor processo para a confecção de casquetes. Os autores destacaram também a boa resistência à corrosão, biocompatibilidade, baixo custo e o grande sucesso clínico em implantes dentários, fatores estes que levaram a escolha do Titânio como material para a confecção das coroas.

Devido ao alto custo do Ouro, às excelentes propriedades físico-químicas e biológicas e ao sucesso clínico como material para implantes, o Titânio começou a ser usado como subestrutura para próteses fixas. Assim, BERGMAN *et al.*, em 1990, avaliaram, durante dois anos, o desempenho clínico de 205 coroas fixas de Titânio, as quais receberam o recobrimento com a resina composta Isosit, fixadas em 149 pacientes. As coroas foram fabricadas utilizando o método de recorte mecânico e eletroerosão. As coroas foram analisadas por operadores calibrados nos seguintes itens: superfície, cor, anatomia e integridade marginal. Os autores destacaram que as coroas tiveram um bom desempenho em todos os itens, tendo adaptação marginal semelhante às coroas de liga de Ouro.

ADACHI *et al.*, em 1990, examinaram a aderência de óxidos e o comportamento de oxidação do Titânio comercialmente puro e da liga de Ti-Al-V. Cilindros do Titânio e da liga Ti-Al-V foram polidos com lixas de granulação 600 e metade destes submetidos à oxidação através da simulação do ciclo de queima da porcelana. Após estes procedimentos, um filme de 0,05 mm de uma resina termoativada foi utilizado para unir uma das extremidades planas dos cilindros em um disco de alumínio preso às extremidades de uma máquina de ensaio universal. A outra extremidade do cilindro foi aderida no disco de alumínio preso à outra

extremidade da máquina de ensaio com um polímero a base de cianoacrilato e o cilindro submetido ao teste de tração. Os autores encontraram que a resistência à tração da camada de óxidos foi de  $37,34 \pm 11,20$  MPa no Titânio puro somente polido com a lixa 600 e de  $13,36 \pm 5,88$  MPa e consideraram, pelos valores resistência de união, que é de grande magnitude a aderência da camada de óxidos na superfície do Titânio.

Também em 1990, CAEG *et al.* avaliaram a resistência à tração dos cimentos resinosos Comspan (Caulk), Conclude (3M) e Retain (Pentron) unidos às ligas de Ni-Cr-Be, Co-Cr e Paládio submetidas aos tratamentos superficiais: ataque eletroquímico, recobrimento com Sílica pirogênica e a combinação destes. Os espécimes recobertos com sílica tiveram os maiores valores médios de resistência de união e a análise do modo de fratura mostrou que estes espécimes tiveram falhas coesivas no cimento resinoso. Os espécimes com o condicionamento eletrolítico tiveram falhas mistas (coesiva e adesiva). Relataram ainda que os valores mais baixos para estes corpos-de-prova deveram-se à ausência de interação molecular do cimento resinoso com a superfície do metal, enquanto que nos espécimes recobertos com sílica houve a formação de ligações químicas entre o Silício e o Oxigênio.

HANSSON, em 1990, avaliou a resistência de união de um cimento resinoso (Comspan Opaque) em quatro diferentes tipos de metais: liga de alto conteúdo de Ouro para prótese metalocerâmica (Sjödings M-Guld), liga de alto conteúdo de Ouro tipo III (Aerofluid 2), liga de Co-Cr (Wirobond) e Titânio comercialmente puro. Foram confeccionados discos de cada metal medindo 6mm

de diâmetro, sendo em seguida jateados com óxido de Alumínio e divididos em dois Grupos. Após os procedimentos de preparo da superfície, um disco foi unido a outro com o cimento Comspan, seguindo-se a realização da termociclagem e do teste de resistência à tração. Os valores mais altos de resistência de união foram obtidos com o Titânio e Wirobond e os valores menores para a liga Aurofluid 2 . As diferenças nos resultados, segundo o autor, poderiam ser explicadas pela formação da camada de óxidos na superfície de cada metal e sua interação com o agente de união resinoso. O tipo de óxido, sua aderência, espessura da camada e a natureza do agente condicionador aplicado sobre o metal, influenciariam a resistência de união.

Em 1990, MATSUMURA *et al.* avaliaram a resistência de união entre *primers* a base de titanatos e uma resina composta opaca aplicados sobre discos de Titânio comercialmente puro (>99,9%). Discos de Titânio com 6mm e 10mm de diâmetro foram recortados, desgastados com lixas de granulação 600 e jateados com óxido de Alumínio. Após, foram recobertos com o *primer* a base de Isopropil di-Metacrilato Isoestearil titanato a 2% e Metil – Metacrilato, sendo aplicado o agente de união (4-META MMA-TBB). Os discos foram unidos um ao outro. Como controle, foram produzidas amostras sem a aplicação do *primer* e o 4 -META. Os corpos-de-prova foram armazenados em água a 37 °C por 24 horas e submetidos ao teste de cisalhamento. Os melhores resultados foram obtidos nos grupos onde se aplicou o agente de união resinoso a base de 4-META (43,2 MPa e 38,6 MPa). Os autores descreveram que monômeros resinosos a base de 4-META mostraram afinidade aos óxidos metálicos da superfície do Titânio, levando-o a se

unir fortemente aos óxidos da superfície do metal. Os autores destacaram que uma forte união entre o Titânio e os materiais poliméricos para cimentação e recobrimento estético é necessária para se obter resultados clínicos satisfatórios.

ATTA *et al.*, em 1990, avaliaram a resistência de união à tração e ao cisalhamento da liga de Ni-Cr Microdent jateada com óxido de Alumínio e unida aos cimentos resinosos Panavia EX, SuperBond C&B e ABC. O cimento resinoso Panavia EX continha um monômero resinoso de éster fosfórico, o SuperBond C&B um monômero resinoso carboxílico e o ABC um monômero resinoso fosfatado. Tais monômeros tinham a função de promover a união química entre metal e cimento resinoso, através da camada superficial de óxidos do metal. Os maiores valores do teste à tração foram obtidos com o cimento Panavia (43,54 MPa), seguido do SuperBond C&B (25,56 MPa) e do ABC (24,89 MPa). Os autores relataram que os maiores valores para o cimento resinoso Panavia EX seriam devidos à maior capacidade de escoamento do cimento e à afinidade do monômero éster fosfatado de estabelecer ligações químicas com a liga de Ni-Cr.

KOHLI *et al.*, em 1990, testaram o efeito de três diferentes métodos de condicionamento da superfície na resistência à tração de cimentos resinosos a uma liga de Ni-Cr-Be. A superfície metálica foi condicionada com Assure-etchan (Grupo A), com gel Met-Etch (Grupo B) ou jateada com óxido de Alumínio 50 µm (Grupo C). Após a aplicação dos cimentos resinosos unindo um cilindro de metal a outro, o teste de tração foi realizado. Os autores encontraram que o Grupo A obteve o melhor desempenho (46, 4 MPa), seguido pelo Grupo C (38,0 MPa) e B



(36,0 MPa). Os autores ressaltaram a influência da película de cimento na resistência mecânica e no modo de fratura.

BARZILAY *et al.*, também em 1990, avaliaram a resistência ao cisalhamento de cinco cimentos resinosos, quatro contendo 4-META (Super Bond C&B, Cover Up I, Cover Up II e BII) e um contendo 10-MDP (Panavia), unidos às superfícies planas uniformes do amálgama de Prata Tytin e à liga de Ni-Cr Litecast B. Os cimentos resinosos foram aplicados nas superfícies dos espécimes e cilindros das resinas compostas Silux e Durafill foram fixadas na área de união para permitir a realização do teste de cisalhamento. Os espécimes foram submetidos à termociclagem previamente ao teste de cisalhamento. Os autores encontraram que o maior valor de resistência ao cisalhamento foi do cimento Panavia ( $10,38 \pm 1,77$  MPa) seguido do Super Bond C&B ( $9,76 \pm 3,31$  MPa) unidos à liga de Ni-Cr, sendo que os grupos não diferiram entre si pela análise de variância e teste de Scheffe em 5% de significância.

AQUILINO *et al.*, em 1991, determinaram o limite de fadiga e a resistência máxima à tração de quatro sistemas adesivos para próteses. Cento e sessenta espécimes da liga de Ni-Cr-Be foram confeccionados e divididos em quatro Grupos. Em dois deles, a superfície do metal sofreu ataque eletrolítico, sendo estes unidos com cimento resinoso composto de Bis-GMA (Comspan). Nos outros dois Grupos foram utilizadas os cimentos resinosos SuperBond e Panavia Opaque. Nestes Grupos foram usados o *primer* para metal 4-META (SuperBond) e um Éster Fosfatado (Panavia) na superfície dos espécimes. Os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de tração e ao teste de limite de fadiga. Os maiores

valores de resistência à tração foram obtidos com os espécimes unidos com a aplicação do Éster Fosfatado previamente ao cimento resinoso Panavia Opaque (51,3 MPa), não sendo estatisticamente diferente dos grupos do ataque eletroquímico (44,0 e 44,3 MPa) e do cimento SuperBond com o uso do 4-META (35,8 MPa).

BLACKMAN *et al.*, em 1991, avaliaram a estabilidade dimensional de estruturas de próteses parciais removíveis feitas em Titânio fundido. Os autores mediram 19 estruturas fundidas nos planos horizontal e vertical e encontraram que houve contração do arco transversal, expansão no plano vertical e uma mudança antero-posterior próxima da neutralidade. Com base nas observações, eles concluíram que as estruturas de Titânio apresentaram mudanças dimensionais dentro dos níveis aceitos para estruturas de próteses parciais removíveis de metais básicos, tendo assim propriedades aceitáveis para o uso clínico.

Em 1991, SMITH *et al.*, realizaram um estudo comparando o efeito da termociclagem (número de ciclos correspondente a 7 e 42 dias) e da imersão em água (7 e 42 dias) na resistência de união dos cimentos resinosos Panavia e Comspan unidos à liga de Ni-Cr (Microbond). A superfície dos espécimes foi jateada com óxido de Alumínio e submetida aos tratamentos: recobrimento com Sílica, ataque eletroquímico ou aplicação de monômero éster fosfatado (líquido do Panavia), e unidas com os cimentos supracitados. Os corpos-de-prova foram submetidos à termociclagem e ao armazenamento em água, sendo em seguida realizado o teste de cisalhamento. Os autores encontraram que os espécimes unidos com Panavia e tratados com éster fosfatado, não mostraram decréscimo

estatisticamente significativa entre o Grupo envelhecido por 7 dias ( $11,4 \pm 3,0$  MPa) do Grupo envelhecido por 42 dias ( $10,4 \pm 2,2$  MPa).

Em 1991, ABOUSH *et al.* avaliaram a efetividade de vários promovedores de união na adesão do cimento resinoso Comspan a discos de Ni-Cr. A superfície dos espécimes foi jateada com Óxido de Alumínio  $50\text{ }\mu\text{m}$  e submetida aos tratamentos: 1) ataque eletrolítico, 2) aplicação do *primer* Gold Link (Den-Mat), 3) aplicação do *primer* ABC Primer (Vivadent), 4) aplicação do *primer* Scotchprime (3M), aplicação do agente de união dentinário Scotchbond dual-cure (3M) e o Grupo controle sem aplicação de substâncias. O teste de tração foi realizado e mostrou que a maior resistência à tração foi obtida com a utilização da substância Scotchbond dual-cure (30,9 MPa). Os autores revelaram que, após observação em lupa estereoscópica de 40X, os espécimes dos Grupos controle, Gold Link e Scotchprime tiveram falhas adesivas (na interface metal-cimento) e os dos Grupos Scotchbond e ataque eletrolítico falharam de maneira mista (adesiva/coesiva), ficando uma nítida camada de cimento recobrindo mais da metade da área de união.

Tendo em vista avaliar os vários tratamentos superficiais existentes para promover união entre cimento resinoso e ligas metálicas odontológicas, IMBERY *et al.*, em 1991, compararam a resistência à tração de uma liga de Ni-Cr (Rexillum III) e outra de Ouro (Olympia) submetidas a dois tipos de tratamento de superfície (recobrimento com sílica e jateamento com óxido de Alumínio  $50\text{ }\mu\text{m}$ ) e unidas aos cimentos resinosos Comspan, Panavia EX e C&B Metabond. Após os procedimentos de união, os espécimes foram submetidos à termociclagem (500

ciclos) e em seguida ao teste de tração. As maiores médias de resistência à tração foram obtidas com a liga Olympia jateada e unida ao Panavia EX (16,47 MPa), seguida da liga Rexillum III jateada e unida ao C&B Metabond (12,91 MPa), da liga Olympia jateada e unida ao C&B Metabond (11,65 MPa) e da liga Rexillum III jateada e unida ao Panavia EX (11,20 MPa).

Em 1991, ISIDOR *et al.* afirmaram que, desde a introdução das próteses fixas no final da década de 70, vem-se estudando a união dos cimentos resinosos com a estrutura metálica, principalmente de metais não-nobres, sendo a interface entre os dois materiais a parte mais crítica deste tipo de trabalho protético. Desta forma, os autores estudaram a capacidade dos processos de jateamento com óxido de Alumínio de 50  $\mu\text{m}$ , impressão de cristais e condicionamento eletroquímico na criação de retenções na superfície das ligas de Ni-Cr e Co-Cr unidas com o cimento resinoso Panavia EX. Os espécimes foram submetidos à termociclagem, ao teste de tração e analisados em lupa estereoscopia com aumento de 60 vezes após a fratura dos corpos-de-prova. Na liga de Co-Cr a maior média de resistência à tração foi obtida com o jateamento com óxido de Alumínio de 50  $\mu\text{m}$  (37,2 MPa) e na liga de Ni-Cr com o condicionamento eletrolítico (33,3 MPa). Os espécimes que foram jateados e os que sofreram condicionamento eletrolítico apresentaram padrões de fratura coesiva em sua maioria, enquanto os espécimes com impressão de cristais apresentaram uma combinação de falha adesiva e coesiva no cimento resinoso.

Devido ao crescente uso do Titânio na odontologia, possuindo características como biocompatibilidade, alta resistência à corrosão, baixa condutividade térmica, baixa densidade, BOENING *et al.*, em 1992, analisaram a adaptação marginal *in vitro* e *in vivo* de coroas de Titânio fundido antes e após o ciclo de queima de uma cerâmica. Também avaliaram a união da cerâmica com o Titânio através do teste de flexão de três pontos. Os resultados mostraram um pequeno aumento do espaço entre término do preparo e margem da coroa dos espécimes após o ciclo de queima da porcelana e no teste de flexão o Titânio apresentou desempenho adequado. Os autores relataram que a grande reatividade química do metal com outros elementos, a altas temperaturas, tornava o processo de fundição por meio da técnica da cera perdida muito difícil de ser realizado com este metal, requerendo equipamento de fundição específico.

BESSING & BERGMAN, em 1992, ressaltaram o aumento do uso do Titânio comercialmente puro como subestrutura para coroas e pontes, principalmente pelo desenvolvimento do sistema Procera, aliando o recorte mecânico com a erosão elétrica. Além disso, relataram que, apesar das fundições com Titânio terem sido introduzidas já há algum tempo na odontologia (1983), tornaram-se mais populares somente no final dos anos 80 devido aos avanços nos equipamentos para fundição para o Titânio e suas ligas. Apontaram problemas como o controle do ambiente de fundição com a presença de gás Argônio e ausência do Oxigênio para evitar a reação do metal liquefeito com o ambiente, com o revestimento e com o cadinho do equipamento de fundição.

KOLODNEY JR. et al., em 1992, comparou a resistência de união ao cisalhamento de quatro sistemas adesivos unidos a 48 cilindros de uma liga de Ni-Cr-Be. A superfície dos cilindros foram jateadas com óxido de Alumínio 250  $\mu\text{m}$  e divididas em 4 Grupos: Grupo A- jateamento com óxido de Alumínio 50  $\mu\text{m}$  e limpeza com ultra-som; Grupo B- jateamento com óxido de Alumínio 50  $\mu\text{m}$  e limpeza com etil-acetato e aplicação de agente de silanização e adesivo; Grupo 3 C- Limpeza com Siliclean (Kulzer), recobrimento com sílica e cobertura com Silicoup; Grupo D – preparo da superfície idêntico ao Grupo 3, porém com aplicação de silano e adesivo. Um cilindro de 5mm de diâmetro do cimento Panavia EX foi unido em cada espécime e, após armazenagem em soro fisiológico por 24 horas a 37 ° C e termociclagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados apresentados foram 12,6 (4,4) MPa para o Grupo A, 10,8 (1,1) MPa para o Grupo B, 14,2 (3,6) MPa para o Grupo C e 24,5 (3,3) MPa para o Grupo D. Os autores concluíram que o recobrimento de sílica não aumentou a resistência ao cisalhamento comparativamente ao jateamento com óxido de Alumínio, mas a utilização de uma camada de adesivo sobre o recobrimento de sílica produziu valores de resistência ao cisalhamento estatisticamente superiores. Por outro lado a utilização do silano e adesivo sobre o metal jateado não produziu melhora estatisticamente significativa na resistência ao cisalhamento. Os autores afirmaram ainda que a superfície jateada do metal produziu valores de resistência ao cisalhamento aceitáveis e encontraram, na análise do modo de fratura, falha predominantemente coesiva no cimento Panavia, indicando que a resistência ao

cisalhamento produzida pelos tratamentos foi superior a resistência coesiva do cimento resinoso, sendo o mecanismo responsável por tal fato a união química entre o cimento resinoso Panavia EX e a camada superficial de óxidos do metal.

KERN & THOMPSON, em 1993, avaliaram a resistência à tração do Titânio comercialmente puro unido aos cimentos resinosos Twinlook (Kulzer), Panavia Ex (Kuraray) e Panavia TPN-S (Kuraray). Foram confeccionados cilindros de resina composta (Clearfil F2), que foram cimentados na superfície do metal polido com lixa 600 e jateados com óxido de Alumínio (110 $\mu$ m). Para o material Twinlook foram utilizados o recobrimento com sílica e a aplicação de silano, e com os cimentos resinosos Panavia Ex e Panavia TPN-S somente o sistema de união do material. Os maiores valores de resistência à tração foram obtidos com o cimento Twinlook nos Grupos com recobrimento de sílica ( $53,7 \pm 9,8$  MPa) seguido do Panavia TPN-S ( $46,1 \pm 7,7$  MPa) e do Panavia Ex ( $44,0 \pm 6,4$  MPa).

Em 1993, MC CONNELL realizou extensa revisão de literatura sobre a união entre resina composta e metal. Descreveu breve histórico, os tipos de tratamento de superfície, os sistemas resinosos, a união resina/metal clinicamente, reparos entre metal e porcelana e união resina/amálgama. O autor afirma que o jateamento é o tratamento de superfície preferido pois é o mais fácil, barato e eficaz método. Além disso, o jateamento com óxido de Alumínio produziria superfície bastante rugosa e favoreceria a união química com sistemas resinosos devido a camada de óxido de Alumínio que ficaria aderida sobre a superfície após o jateamento.

Em 1993, KERN & THOMPSON avaliaram os efeitos do jateamento com óxido de Alumínio e técnicas de recobrimento na perda de volume, morfologia superficial e mudanças de composição do Titânio comercialmente puro. Foram utilizados discos de Titânio comercialmente puro grau 4 (American Society for Testing and Materials) polidos em lixas até a granulação 600. Cada amostra foi jateada por 14 segundos, com óxido de Alumínio (110  $\mu\text{m}$ ). Conteúdos de Alumina (de 27 a 39 %) foram encontrados incluídos na superfície de Titânio no exame de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) após o jateamento com óxido de Alumínio. A aplicação de ultra-som resultou em um decréscimo irrisório no conteúdo de Alumina, o que indicaria forte união desta substância ao Titânio. O jateamento com óxido de Alumínio resultou num aumento da rugosidade superficial dos espécimes, sendo vistas, por microscopia eletrônica de varredura, partículas de Alumina incluídas na superfície. Apesar disto, não foram criadas retenções microscópicas como o esperado, permanecendo partículas de Alumina na superfície. Os autores afirmaram que não seria conhecida a importância destas partículas no processo de união com sistemas adesivos poliméricos contendo monômeros ativos, os quais são aplicados diretamente na superfície jateada. Porém, poder-se-ia afirmar, pelo aspecto microscópico e pela inclusão das partículas de Alumina na superfície, que o jateamento com óxido de Alumínio contribuiu para a retenção mecânica dos sistemas de união resinosos com o Titânio. Os autores afirmam que a limpeza com ultra-som após o jateamento com óxido de Alumínio é importante para remover as partículas de Alumina não



aderidas na superfície, pois estas poderiam prejudicar a união efetiva dos sistemas adesivos poliméricos com o Titânio.

LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, em 1993, fizeram uma revisão detalhada das principais propriedades do Titânio e suas ligas, destacando a alta resistência à corrosão, advinda da camada passivadora extremamente estável que se forma na superfície deste metal. Esta camada seria constituída por óxidos ( $\text{TiO}_2$ ) fortemente unidos ao metal e se formaria rapidamente ( $10^{-9}$  segundo) após o metal ter sido cortado ou abrasado. Em apenas um segundo, esta camada possuiria a espessura de dois a cinco nanômetros, sendo muito aderente ao metal de substrato e impenetrável ao oxigênio, o que impediria o aumento de sua espessura. A natureza, estrutura e espessura da camada de óxidos seriam dependentes de fatores como recorte, rugosidade superficial, refrigerantes usados durante o corte e procedimentos de esterilização.

FITCHIE *et al.*, em 1993, analisaram a resistência à tração de duas resinas compostas, uma convencional e outra fosfatada, a três metais : Ni-Cr, Ni-Cr-Be e Co-Cr. Cilindros de resina composta foram unidos ao metal e os espécimes foram submetidos ao teste de fadiga. A resina composta fosfatada obteve os melhores resultados no ensaio de fadiga. Na análise do modo de fratura, observou-se a formação de porosidades no corpo da resina fosfata e o padrão de fratura foi do tipo misto.

YOSHIDA *et al.*, em 1993, avaliaram a influência de *primers* adesivos na resistência ao cisalhamento de uma resina a base de MMA/TBB unida às liga de Co- Cr e Prata-Paládio-Cobre. Foram aplicados os monômeros resinosos ácidos

4-META (New Metacolor) e 10-MDP (Cesead Opaque Primer) na superfície dos metais, previamente à aplicação da resina de MMA/TBB. Em algumas amostras os *primers* não foram utilizados para que houvesse um Grupo controle. Os autores encontraram que os melhores resultados no teste de cisalhamento foram obtidos com a utilização do 10-MDP (44,0 MPa), seguido do 4-META (34,0 MPa) e do controle (26,0 MPa). Estes resultados, segundo os autores, seriam devidos à união efetiva estabelecida entre os *primers* ácidos e a camada de óxidos de cromo e cobre dos metais.

VAN NOORT, em sua obra de 1994, faz um completo relato histórico da evolução da odontologia desde a época dos etruscos até os dias atuais. Nesta perspectiva histórica, o autor relata a introdução de restaurações metálicas indiretas em Ouro, fundido através da técnica da cera perdida, mas que vai sendo gradualmente substituído por ligas alternativas como Ni-Cr, Co-Cr, Ti-Al-V, devido ao aumento no custo das ligas de Ouro.

KING *et al.*, em 1994, comparam a dureza Knoop da superfície do Titânio recortado mecanicamente, do Titânio fundido e o perfil de dureza da superfície destes dois, de uma liga de Ouro-Paládio e de uma liga de Ni-Cr. Discos dos metais foram recortados ou fundidos e submetidos ou ao tratamento térmico comum, ou ao tratamento térmico estendido ou sem tratamento térmico. Os resultados demonstraram uma dureza superficial maior do Titânio fundido, sendo que no perfil a dureza iria diminuindo da superfície para o interior do metal. Os autores destacaram as propriedades físicas e químicas do Titânio, como biocompatibilidade, baixa densidade e baixo custo, sendo considerado um metal

com propriedades semelhantes às dos metais nobres, além de suportar bem as cargas oclusais e ter excelente integridade marginal. Porém, ressaltaram a dificuldade de fundição do Titânio devida a sua alta temperatura de fusão e alta reatividade com outros elementos, o que resultaria na necessidade do controle da atmosfera de fundição com o uso de um gás inerte (Argônio ou Hélio) e no uso de revestimentos específicos e de cadinhos de cobre.

Também em 1994, DIXON *et al.* avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de uma liga de Ni–Cr (Rexillum) e uma de Ouro (Olympia) unidas à superfície de esmalte de dentes humanos com os cimentos resinosos Panavia OP (Kuraray) e F21 (Shyrwan MFG). A superfície dos espécimes da liga Rexillum foi oxidada em forno de porcelana e jateada com óxido de Alumínio (50  $\mu\text{m}$ ). A liga Olympia ou foi somente oxidada em forno de porcelana, ou jateada, ou recoberta com Estanho. Os cimentos resinosos foram aplicados sobre a superfície dos espécimes metálicos conforme instruções do fabricante e estes cimentados sobre a superfície planificada de esmalte de incisivos humanos. No teste de cisalhamento, os maiores valores obtidos foram com a liga Rexillum unida com o Panavia OP (34,85 MPa). Os autores relataram que as fraturas ocorridas nos corpos-de-prova unidos com Panavia OP foram coesivas no cimento resinoso.

Em 1994, KERN & THOMPSON analisaram os efeitos do jateamento com óxido de Alumínio 50  $\mu\text{m}$  e o recobrimento com sílica no Titânio puro. Os autores encontraram que ambos procedimento alteravam as características de retenção e composição química da superfície, sendo que o jateamento com óxido de Alumínio

50  $\mu\text{m}$  produzia a superfície mais rugosa. Também foi observado o aumento no conteúdo de sílica e alumínio na superfície do Titânio.

Muitos casos de hipersensibilidade e toxicidade de algumas ligas metálicas odontológicas têm sido descritas na literatura. Sendo assim, KONONEN *et al.*, em 1995, fizeram a revisão de literatura e o relato de um caso clínico de paciente portadores de próteses removíveis confeccionadas em Titânio. Segundo os autores, a utilização do Titânio em substituição aos outros metais odontológicos em próteses removíveis de pacientes que apresentam hipersensibilidade às ligas comumente usadas seria recomendada, uma vez que o material apresenta excelente biocompatibilidade, resistência à corrosão e propriedades mecânicas adequadas.

Em 1995, TAIRA *et al.* avaliaram a resistência de união ao cisalhamento de um cimento resinoso composto de Metil-Metacrilato, iniciada por tri-butil-borano, unida à superfície de discos de Titânio comercialmente puro (> 99%). Os discos foram polidos com lixas até a granulção 600 e jateados com partículas de óxido de Alumínio (50 $\mu\text{m}$ ) a uma pressão de 0,5 MPa e distância de 5mm do bico do jateador em relação à superfície. Neste estudo, os autores descreveram o uso de monômeros condicionantes da superfície do metal a base de 10-MDP (Cesead Opaque Primer-Kuraray, Japão) ou a base de 4-META (SuperBond C&B-Sun Medical, Japão). Estes monômeros foram aplicados na superfície dos discos de Titânio previamente aos procedimentos de união. Os discos foram unidos um ao outro e submetidos ao teste de cisalhamento. Os melhores resultados foram

obtidos nos espécimes em que foram aplicados o 4-META e o 10-MDP ( $45,4 \pm 2,9$  MPa). Nas amostras em que não foram utilizados monômeros condicionantes, foram observados valores de resistência ao cisalhamento significativamente menores ( $33,5 \pm 3,3$  MPa). Na análise de fratura, os autores encontraram falhas adesivas na interface cimento resinoso -Titânio na maioria dos espécimes dos grupos onde não foram utilizados os monômeros condicionantes. Nos grupos onde foram aplicados o 10-MDP e 4-META os espécimes apresentaram um complexo de falhas coesivas dentro do material resinoso e falha adesiva na interface com o Titânio. Os autores relacionaram os altos valores de resistência ao cisalhamento à união da camada de óxidos, que recobre a superfície do Titânio, com os monômeros resinosos derivados do ácido fosfórico (MDP) ou carboxílico (4-META), formando, assim, uniões químicas entre o metal e o agente condicionante. Pelos resultados apresentados, os autores afirmaram que o 4-META e o 10-MDP produziram uma união satisfatória entre o cimento resinoso composto de Metil-Metacrilato e o Titânio comercialmente puro.

Ainda em 1995, FUJISHIMA *et al.* realizaram um trabalho avaliando a resistência ao cisalhamento de sistemas de união para compósitos de recobrimento estético (Dentalcolor, New Metalcolor, Cesead e Thermoresin LC II) aplicados sobre a superfície do Titânio. Estes sistemas possuíam diferentes tipos de monômeros resinosos, sendo o MDP para o Cesead, 4-META para o New Metalcolor e Metacrilato Tiofosfórico para o Thermoresin LC II, os quais foram aplicados no metal previamente às resinas compostas. Após os procedimentos de união, os espécimes foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. Os resultados

revelaram que valores de resistência ao cisalhamento da ordem de 21,55 MPa para New Metalcolor; 19,02 MPa para Cesead e 13,96 MPa para Thermoresin LC II foram obtidos. Os autores destacaram que os monômeros a base de Metacrilato Tiofosfórico não se mostraram eficazes para promover a união entre o Titânio e a resina composta, ao contrário dos monômeros a base de MDP e 4-META, os quais produziram valores altos de resistência de união, denotando a formação de uniões fortes e duráveis com o Titânio comercialmente puro.

TAIRA & IMAI, em 1995, avaliaram o efeito de um condicionador de superfície contendo Metacrilato Tiofosfórico e metacrilatos fosfóricos na resistência de união à tração e sua durabilidade entre uma resina composta e quatro tipos de liga metálica: Prata-Paládio, Ouro-Prata, Co-Cr e Titânio. Foram utilizados os seguintes monômeros resinosos: solução de Metacrilato Tiofosfórico 0,4% em Metil-Metacrilato, solução de 10-MDP 5% em Metil Metacrilato e soluções combinadas entre esses monômeros e acetona. Os melhores resultados na média geral foram obtidos com o uso combinado de Metacrilato Tiofosfórico e os monômeros fosfatados ( $24,5 \pm 4,2$  MPa) e no Titânio com o uso de solução de MDP a 5% em acetona ( $22,1 \pm 1,7$  MPa). A maioria das falhas no Titânio, após o teste de tração, foi adesiva entre resina e metal para todos os tipos de condicionadores, com exceção ao MDP, com o qual a maioria das falhas foi mista ou coesiva no material de cimentação.

Também em 1995, SYVERUD & HERO estudaram o preenchimento dos moldes de diversos revestimentos aglutinados por fosfato monoamônia com diferentes permeabilidades aos gases de fundição. Coroas de Titânio foram

fundidas nestes revestimentos e o efeito da permeabilidade nas fundições de Titânio foi avaliado por inspeção visual das coroas e exame em microscópio de suas margens. Os autores afirmaram que deficiências de fundição do Titânio são devidas à alta afinidade deste metal com elementos como Oxigênio, Hidrogênio e Nitrogênio, à permeabilidade e às reações do metal com o revestimento e concluíram que o preenchimento correto dos moldes é obtido quando um revestimento com alta permeabilidade aos gases é utilizado.

Em 1995, GIVAN *et al.* avaliaram o limite à fadiga e o modo de fratura de um cimento resinoso a base de 4-META unido às ligas de Ni-Cr, Ni-Cr-Be e Co-Cr. A superfície dos espécimes confeccionados com as ligas metálicas foi jateada com óxido de Alumínio (50  $\mu\text{m}$ ), os espécimes cimentados ao esmalte de dentes bovinos com o cimento resinoso composto de 4-META C&B Metabond e submetidos ao teste de limite de fadiga à tração. Os melhores resultados do teste de limite à fadiga foram obtidos com a liga de Ni-Cr-Be e, após análise em microscopia eletrônica de varredura, o modo de fratura observado foi do tipo misto. Os autores relataram que a união de cimentos resinosos à estrutura metálica de próteses fixas pode ser melhorada pela aplicação de monômeros resinosos a base de éster fosfatado e 4-META. Esta união se daria por ligações químicas dos radicais fosfóricos e carboxílicos dos monômeros com os óxidos metálicos, estabelecendo ligações químicas estáveis.

DIAZ-ARNOLD *et al.*, em 1996, determinaram a resistência de união à tração, o tipo de óxido presente na superfície e altura da camada de óxidos de cilindros de Ni-Cr-Be unidos ao cimento resinoso Panavia 21. Foram investigados

os seguintes Grupos experimentais: Grupo 0- superfície do metal sem oxidação e sem jateamento; Grupo 1- superfície submetida à seqüência de queima sem vácuo com temperatura inicial de 650° C e final de 1000° C por 1 minuto; Grupo 2- superfície submetida ao mesmo esquema de queima sob vácuo; Grupo 3- superfície submetida à mesma seqüência de queima do Grupo 1 seguido de jateamento com óxido de Alumínio 50 µm; Grupo 4- superfície submetida a mesma seqüência de queima do Grupo 2 seguido do jateamento com óxido de Alumínio 50 µm; Grupo 5- superfície submetida à mesma seqüência de queima do Grupo 1 seguido de jateamento com óxido de Alumínio 280 µm; Grupo 7: superfície sem oxidação, jateada com óxido de Alumínio 50 µm; Grupo 8- superfície sem oxidação, jateada com óxido de Alumínio 280 µm. A composição da camada de óxidos foi analisada por espectroscopia de raios-x. Os cilindros preparados foram unidos ao cimento resinoso Panavia 21, armazenados por 30 dias em água destilada a 37 °C e submetidos ao teste de tração. Os autores encontraram que a oxidação trouxe o Be para superfície e aumentou a espessura da camada de óxidos principalmente no Grupo sem a utilização de vácuo. O jateamento removeu a camada de óxidos e deixou quantidades significativas de alumina (em média 20 %). O valor médio de resistência à tração para o Grupo 0 (  $22,4 \pm 8,7$  MPa) foi estatisticamente menor do que os valores apresentados pelos Grupos 1 (  $32,5 \pm 10,6$  MPa), 3 (  $37,8 \pm 7,5$  MPa), 4 (  $34,8 \pm 10,2$  MPa), 5 (  $34,6 \pm 13,1$  MPa), 6 (  $34,8 \pm 11,5$  MPa) e 8 (  $35,0 \pm 9,6$  MPa), mas não foi estatisticamente diferente dos valores apresentados pelos Grupos 2 (  $28,0 \pm 5,4$  MPa) e 7 (  $29,5 \pm 11,8$  MPa). Os autores afirmaram ainda que as resinas compostas unir-se-iam quimicamente à



camada de óxidos presente na superfície dos metais através de ligações covalentes entre o adesivo e os íons metálicos. Ressaltaram também a importância do jateamento com óxido de Alumínio para produzir retenção mecânica na superfície do metal.

Em 1996, BREEDING & DIXON avaliaram o efeito da remoção da camada de óxidos, através de jateamento, da superfície de ligas de Ni-Cr, Pd-Ag e de alto conteúdo de Ouro, submetidas ou não ao ciclo de queima de porcelanas, na resistência ao cisalhamento a um tipo de agente de cimentação resinoso. Foram utilizados um Grupo sem jateamento e outro com cobertura de estanho como controles. Padrões retangulares (3X4 mm) de cera rosa foram confeccionados para 110 incisivos humanos extraídos, encerados, incluídos e fundidos nos diferentes tipos de liga descritos anteriormente. Após os diferentes tratamentos de superfície, os espécimes metálicos foram unidos aos dentes com o cimento resinoso Panavia OP conforme instruções do fabricante. Os espécimes foram armazenado em água destilada em temperatura ambiente por 2 semanas, submetidos à termociclagem (500 ciclos com banhos de 5 e 60 °C por 1 minuto) e armazenados novamente em água destilada por mais 2 semanas. Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. A análise estatística dos resultados indicou significativa diferença na resistência ao cisalhamento entre as ligas metálicas e os grupos de tratamento. Os Grupos onde foram utilizadas as ligas de alto conteúdo de Ouro e de Pd-Ag cimentadas com o cimento resinoso Panavia OP exibiram valores médios de resistência ao cisalhamento semelhante aos Grupos onde foi utilizada a liga não nobre cimentada com o mesmo cimento

resinoso. O jateamento com óxido de Alumínio não apresentou efeito significativo nos Grupos onde foram utilizadas as ligas de Pd-Ag e alto conteúdo de Ouro, antes ou após o ciclo térmico das porcelanas. Os autores afirmaram ainda que a camada de óxidos metálicos tem papel importante na união com os cimentos resinosos, comprovado com os maiores valores apresentados pelos Grupos submetidos ao ciclo de queima da porcelana, onde ocorre maior formação de óxidos sobre a superfície dos metais. Ainda, o efeito do jateamento seria importante na criação de microretenções mecânicas para a melhora na união dos cimentos resinosos com os metais testados.

WANG & FENTON, em 1996, realizaram uma revisão de literatura do Titânio, suas formas comerciais, propriedades físicas, reações com o ambiente, métodos de fundição e união com outros materiais. Os autores destacaram a baixa densidade do metal em relação a outros metais usados em odontologia, alta ductilidade e baixa condutividade térmica, sendo os aparelhos produzidos com o Titânio mais confortáveis e funcionais. Descreveram ainda a formação de uma camada superficial de óxidos estável, fina, tenaz, autoprotetora e bem aderida à superfície do metal, que se formaria novamente ao ser removida ou danificada, assim que o Titânio entrasse em contato com água ou Oxigênio.

BURROW *et al.*, em 1996, avaliaram a resistência de união imediata dos cimentos resinosos Panavia 21, SuperBond C&B e Bistite unidos à dentina de dentes bovinos. Os autores realizaram o teste de cisalhamento nos tempos de 10 minutos, 1 hora e 24 horas após a polimerização dos cimentos. Eles encontraram que os melhores resultados em 10 minutos foram obtidos com o cimento Bistite de

ativação química e/ou física. Isto seria justificado, segundo os autores, pela lenta polimerização dos cimentos com ativação química (Panavia e SuperBond C&B). Estes apresentaram baixa resistência de união na primeira hora. Assim, os autores afirmaram que as melhores opções para fixação de próteses fixas seriam os cimentos de ativação dupla, pois a reação química asseguraria a completa ativação mesmo nos lugares aonde a luz visível não chegaria e pela maior resistência de união nas primeiras horas promovida pela ativação da luz.

BERG *et al.*, em 1996, avaliaram a dureza, resistência à tração e ductilidade de cilindros de Titânio comercialmente puro de vários diâmetros cortados no sistema Procera e de fundições de Titânio. Os autores destacaram a extrema reatividade do Titânio com outros elementos, como Oxigênio, Nitrogênio e Carbono, incluídos durante o processo de fundição e ressaltaram propriedades deste metal como a alta dureza superficial, resistência à flexão e ductibilidade. Os autores encontraram que o Titânio fundido foi significativamente mais duro e com maior resistência à tração e menos dúctil do que o Titânio cortado no sistema Procera.

MAY *et al.*, em 1997, considerando a união química entre 4-META e metais básicos, analisaram a resistência ao cisalhamento de uma resina a base de PMMA/4-META unida ao Titânio comercialmente puro. Os espécimes foram confeccionados a partir de um cilindro de Titânio comercialmente puro e divididos em dois Grupos: o controle (sem tratamento superficial) e o experimental, o qual recebeu o jateamento com óxido de Alumínio previamente à aplicação da resina. Foram encontrados os valores médios de resistência ao cisalhamento de 12,2

MPa para o Grupo controle e de 45,1 MPa para o Grupo experimental. Os autores concluíram que a resina de PMMA/4-META estabeleceu a maior resistência ao cisalhamento quando a superfície do Titânio foi jateada.

Os monômeros resinosos a base de grupamentos fosfatados e carboxílicos, aplicados na superfície de ligas de metais básicos previamente ao agente de união resinoso, produzem resistência de união maiores. Tendo isto em vista, YOSHIDA *et al.*, em 1997, avaliaram o efeito de quatro *primers* adesivos na resistência ao cisalhamento de uma resina composta autopolimerizável a base de Polimetil-Metacrilato unida a uma liga de Co-Cr. Os *primers* utilizados foram o Acryl Bond (Shofu), a base de ácido 4- Acriloiloxietil Trimelítico, o Cesead Opaque Primer (Kuraray), a base de 10- MDP, o Metal Primer II (GC), a base de derivados do Metacriloiloxialquil Tiofosfato e o MR Bond (Tokuyama), a base de ácido 11- Metacriloiloxil Undecano di-Carboxílico. Em um Grupo não foram aplicados os *primers* para servir de controle. A maior média de resistência ao cisalhamento foi obtida com o MR Bond ( $40,5 \pm 1,7$  MPa) e a menor com o Acryl Bond ( $37,2 \pm 1,6$  MPa). Os autores afirmaram que a utilização dos *primers* neste estudo aumentou a resistência de união da resina à base de Polimetil Metacrilato unida à liga de Co-Cr, quando comparada ao grupo controle. Isto devido aos monômeros funcionais, presentes nestes *primers*, terem afinidade com a camada de óxido de cromo, criada durante a fundição da liga de Co-Cr.

Em 1997, WAKABAYASHI & MINORU, descreveram o procedimento técnico para a fabricação de próteses parciais removíveis com estrutura em Titânio fundido e avaliaram este tipo de prótese nos períodos de 6 meses a 3

anos. Adicionalmente, os autores destacaram como vantagens do Titânio para a odontologia a excelente biocompatibilidade, baixa densidade e um custo comparativamente baixo. Por outro lado, descreveram desvantagens como a necessidade do uso de um sistema especificamente desenvolvido para a fundição do metal devido à alta temperatura de fusão e alta reatividade química com o ambiente. Finalmente, relataram que, pelas observações clínicas, o método de fundição do Titânio seria confiável para a fabricação das subestruturas das próteses.

MUDFORD *et al.*, em 1997, analisaram a resistência de união à flexão entre uma liga de Titânio- 6Alumínio- 4Vanádio e duas marcas comerciais de resina acrílica termoativada (Trevalon-Dentsply e Metadent-SunMedical), utilizando dois tratamentos superficiais do metal: jateamento com óxido de Alumínio associado com a aplicação do *primer* (4-META) e jateamento com óxido de Alumínio associado ao recobrimento com Sílica (Silicoater-Kulzer). Os espécimes que foram jateados e recobertos com sílica tiveram os maiores valores de resistência de união. Os autores destacaram que o uso de retenções mecânicas e de agentes superficiais, como a Sílica e 4-META, aumenta os valores de resistência de união entre polímeros a base de PMMA e Titânio, bem como a durabilidade dessa união. Ressaltaram também a capacidade do 4-META de se unir quimicamente com a superfície oxidada de metais básicos e a grupos vinílicos das resinas a base de di-Metacrilatos, criando assim uma união efetiva entre metal e polímero.

O aumento do uso do Titânio comercialmente puro e suas ligas como alternativa para as ligas odontológicas de metais básicos em suas diversas

aplicações, tornou a obtenção de uma união efetiva do material de fixação com o Titânio fator imprescindível para o sucesso clínico de restaurações indiretas, fornecendo uma retenção durável e prevenindo a microinfiltração. Atualmente, os agentes de cimentação resinosos , aliados ao uso de monômeros resinosos multifuncionais (carboxilatos, silanos, fosfatos e titanatos), são considerados capazes de promover tal união com o Titânio e outros metais básicos. Assim, TAIRA *et al.*, em 1998, investigaram o efeito de cinco monômeros resinosos ácidos na resistência de união ao cisalhamento de discos de Titânio comercialmente puro unidos ao cimento resinoso All Bond C&B e a uma resina composta a base de PMMA-TBB. Os discos foram polidos até lixa granulação 600 e jateados com óxido de Alumínio (10 segundos). Foi colada uma fita adesiva (50 µm de espessura) com orifício central de 5 mm de diâmetro. Os espécimes foram submetidos aos procedimentos de união e armazenados em água a 37° C por 24 horas. Metade dos corpos-de-prova sofreram termociclagem (100.000 ciclos) e em seguida foi realizado o ensaio de cisalhamento. Os maiores valores de resistência ao cisalhamento foram obtidos nos grupos sem termociclagem. Os autores relataram que a camada de óxidos formada na superfície do Titânio aderiu-se fortemente a monômeros derivados dos ácido Carboxílico e Fosfórico, através de seus radicais COOH e H<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>, respectivamente. Neste estudo, os autores concluíram que todos os monômeros utilizados produziram resistência de união ao cisalhamento aceitáveis.

Em 1998, STRIETZEL *et al.*, considerando que a corrosão é um parâmetro para determinar a biocompatibilidade de metais, avaliaram a resistência à

corrosão, através de fotometrias, de espécimes de Titânio fundidos ou recortados imersos em diferentes soluções. Os autores acharam que o Titânio possui excelente resistência à corrosão devido à sua camada superficial de óxidos, pois esta camada de óxidos agiria como uma proteção ao metal, formando-se muito rapidamente ( $10^{-9}$  segundo) e que, depois de formada, unir-se-ia firmemente ao metal, e que dificilmente seria dissolvida, a não ser por íons fluoretos em meio ácido.

Em sua obra literária de 1998, ANUSAVICE descreve as características, propriedades e indicações das ligas metálicas utilizadas com maior frequência na odontologia. O autor ressalta as diversas propriedades do Ouro puro e suas ligas como material odontológico restaurador indireto, mas afirma a sua substituição massiva por ligas metálicas alternativas não-nobres de custo menor e com propriedades próximas às ligas de Ouro. Das ligas não-nobres descreve as características das ligas a base de Ni-Cr, Co-Cr e as de Titânio e o Titânio c.p.

FERENCZI *et al.*, em 1998, avaliaram a estrutura e superfície de fundições de Titânio comercialmente puro através de espectroscopia fotoelétrica de Raios-X, difração de Raios-X e microscopia eletrônica de varredura. Os autores relataram que a espessura da camada de óxidos, formada naturalmente durante a fundição, está em torno de 50 a 100 ângstrons. Descrevem ainda a alta reatividade do Titânio com elementos da atmosfera, como Carbono, Hidrogênio, Nitrogênio e Oxigênio, quando fundido.

OHNO *et al.*, em 1998, tendo em vista a união efetiva do monômero resinoso 4-META com ligas de metais nobres associados com metais básicos,

mediram a resistência de união à tração de um cimento resinoso composto de 4-META (SuperBond C & B) unido à liga de Ouro-Paládio-Prata contendo Índio, Zinco e Estanho, bem como a durabilidade desta união em meio líquido. Os autores afirmaram que o 4-META desenvolveria união efetiva com metais básicos, como Cobre, Estanho, Índio e Zinco, através da união química com a camada de óxidos presente na superfície destes metais após a fundição. Também relataram que esta união estaria em função do tipo e da quantidade de óxido formada na superfície do metal, sendo a espessura da camada destes óxidos menor que 1 nanômetro. A união química do 4-META com as ligas de Ouro, contendo Índio, Zinco ou Estanho, se daria através do mecanismo de Bolger, onde ocorreria uma interação eletrostática entre ácidos ou bases do polímeros e os grupamentos hidroxila da superfície do metal, tendo como base os valores do ponto isoelétrico dos óxidos metálicos e a constante de dissociação ácida dos polímeros. Os autores consideraram esta interação como sendo de natureza iônica e concluíram que o aumento na quantidade de metais básicos nas ligas de Ouro produziu maiores valores de resistência à tração destes metais unidos ao cimento resinoso composto de 4-META.

Em um outro trabalho, também em 1998, OHNO *et al.*, analisaram a estrutura superficial de ligas de Ouro-Índio através de espectroscopia fotoeletrônica de Raios-X para determinar a relação entre capacidade de união com monômero 4-META e o padrão de superfície. Os autores afirmaram que a superfície dos metais, após fundição, é estabilizada pelo rearranjo atômico e pela absorção imediata de moléculas, como Oxigênio e vapor de água, dando início à



formação de uma camada de óxidos e hidróxidos. O metal ficaria então recoberto por grupamentos  $\text{OH}^-$  ou uma camada de água na superfície unindo-se ao Oxigênio para formar óxidos. Os autores relataram ainda que uma monocamada de grupamentos  $\text{OH}^-$  seria absorvida pelos óxidos metálicos superficiais, e a estes grupamentos  $\text{OH}^-$  se uniria firmemente uma camada de água. Os autores concluíram que esta camada de água deve ser removida para que haja união efetiva do 4-META, através de seus grupamentos ácidos (carboxilatos), com os óxidos e hidróxidos da superfície do metal.

MILLER *et al.*, em 1998, avaliaram a resistência de união à tração de cimentos resinosos (SuperBond C&B, Panavia 21, Comspan e Enforce) unidos à superfície de uma liga de Titânio utilizada em pinos endodônticos. Os autores afirmaram que a união entre o cimento resinoso e a liga de Titânio poderia falhar na interface entre metal e cimento resinoso (falha adesiva) ou no próprio cimento (falha coesiva), e que a união entre os dois materiais seria influenciada pelo contato íntimo das superfícies. A condição da superfície seria um fator que alteraria este contato, dependendo do tipo de tratamento superficial utilizado (jateamento com óxido de Alumínio, abrasão a ar, condicionamento ácido ou recobrimento com Sílica). Ainda relatam que o uso de agentes de união ou *primers* a base de monômeros resinosos fosfatados (10-MDP) ou carboxílicos (4-META) melhorariam a resistência de união entre metal/cimento resinoso. Os resultados mostraram que o valor obtido com o cimento resinoso C&B utilizando *primer* a base de 4-META foi de  $21,0 \pm 9,6$  MPa, com o cimento resinoso Panavia 21 associada com o uso de *primer* a base de 10-MDP foi de  $11,9 \pm 3,9$  MPa, com o

cimento resinoso Enforce sem utilização de *primer* foi de  $10,4 \pm 2,4$  MPa e com utilização de *primer* a base de ácido penta-Acrilóil di-penta-Ertritol fosfórico foi de  $12,0 \pm 4,3$  MPa. Na maior parte dos corpos-de-prova, as falhas de união foram coesivas no cimento resinoso. Os autores verificaram que o uso de *primers* a base de monômeros resinosos melhoraram a resistência à tração de cimentos resinosos unidos a uma liga de Titânio e afirmaram que a camada superficial de óxidos teria efeito positivo nesta união.

GOES, em 1998, descreve a evolução, composição, reação de polimerização, manipulação, propriedades, biocompatibilidade e principais características dos cimentos resinosos, ressaltando a possibilidade de efetiva união com o substrato dental (esmalte e dentina), bem como a união com os materiais restauradores indiretos, como metais, cerâmicas e os polímeros para restaurações indiretas.

TAYLOR *et al.*, em 1998, afirmaram que a quantidade de Oxigênio intersticial aumenta durante a fusão do Titânio e suas ligas, devido a grande afinidade do metal por este elemento, formando uma camada de óxidos na superfície. A espessura desta camada dependeria da quantidade de Oxigênio disponível no ambiente e da temperatura utilizada para fusão do metal. Os autores ressaltaram propriedades do Titânio como biocompatibilidade, resistência à corrosão, baixa densidade, baixa condutividade térmica e propriedades mecânicas adequadas.

TAIRA *et al.*, em 1998, avaliaram a influência da camada superficial de óxidos na resistência ao cisalhamento de uma resina composta a base de Metil-

Metacrilato e tri-Butil-Borano unida à superfície de Titânio comercialmente puro. Discos de Titânio foram fundidos e submetidos a diferentes tratamentos de superfície: 1- sem tratamento de superfície, 2- polimento com lixa granulação 600 e 3- polimento com lixa granulação 600 e jateamento com óxido de Alumínio 50  $\mu\text{m}$ . Um condicionador superficial (*primer*) a base de 10-MDP foi aplicado na superfície do metal previamente à resina composta, sendo os discos unidos aos pares. Os autores relataram que o uso de condicionadores a base de monômeros com terminações fosfóricas ou carboxílicas, como o 10-MDP ou 4-META, formariam uniões com a camada superficial de óxidos presente no Titânio, aumentando a resistência de união de resinas compostas. Foram realizados grupos com Titânio recortado mecanicamente e sem a aplicação do condicionador como controle. Após teste de cisalhamento e análise estatística, os resultados foram: Grupo 1 -  $22,1 \pm 3,1$  MPa, Grupo 2 -  $32,4 \pm 1,0$  MPa e Grupo 3 -  $31,0 \pm 2,5$  MPa. A maior parte das falhas de união, após observação em microscópio óptico, foi do tipo mista. Os autores concluíram que a presença de grandes quantidades de oxigênio inibiria a união do 10-MDP com o Titânio pelo espessamento da camada de óxidos e que esta camada seria essencial para a união com o 10-MDP.

OZCAN *et al.*, em 1998, fizeram extensão revisão bibliográfica dos diversos mecanismos e tratamentos de superfície que promovem efetiva união entre os diversos materiais restauradores existentes e os cimentos resinosos. Os autores descrevem a união mecânica através de retenções macro e micro mecânicas, a união química, através da cobertura com sílica, silanização e o uso de monômeros

resinosos fosfatados, o condicionamento eletrolítico, estanização e os efeitos e indicações destes mecanismos nos substratos metálico e cerâmico. Os autores afirmam ainda que o método de jateamento com óxido de Alumínio é um dos melhores meios para obter-se efetiva união com os cimentos resinosos pois, além de criar microrretenção mecânica, na superfície jateada ficariam partículas de alumina aderida, favorecendo a união química destes.

YILMAZ & DINÇER, em 1999, descreveram as desvantagens das ligas de metais básicos usadas na odontologia, tendo baixa biocompatibilidade, baixa resistência à corrosão e provocam descoloração da porcelana. Por outro lado, o Titânio e suas ligas teriam vantagens como excelente biocompatibilidade, boa resistência à corrosão, baixo peso, baixa condutividade térmica e custo razoável. Porém, este metal teria alta reatividade com Oxigênio, Carbono, Hidrogênio e Nitrogênio em altas temperaturas, o que levaria à formação de uma camada superficial de óxidos. Os autores avaliaram a aderência desta camada de óxidos com o Titânio e encontraram que ela tem uma união suficientemente forte para proporcionar união adequada de porcelanas ao Titânio.

CANAY *et al.*, em 1999, em um trabalho avaliando o desempenho clínico e resistência ao manchamento do Titânio, afirmaram que tratamentos superficiais melhorariam a resistência de união do Polimetil Metacrilato ao Titânio. Devido à alta reatividade com elementos do ambiente, o Titânio teria excelente resistência à corrosão pela formação de uma camada superficial de óxidos (dióxido de Titânio) extremamente estável e que se formaria novamente, de maneira espontânea, se fosse removida mecanicamente da superfície do metal. Assim, próteses totais

superiores para 10 pacientes foram confeccionadas em Titânio e avaliadas após 6 meses de uso. Foram observados o acúmulo de placa sobre a base das próteses e o comportamento eletroquímico do metal foi comparado a próteses de Titânio armazenadas fora do ambiente oral pelo mesmo período. Os autores encontraram que as próteses não usadas foram mais resistentes à corrosão do que as usadas pelos pacientes.

WATANABE *et al.*, em 1999, avaliaram a resistência ao cisalhamento de dois cimentos resinosos contendo os monômeros resinosos ácidos 10-MDP (Panavia 21) e 4-META (C&B Metabond), unidos à superfície de discos de Titânio comercialmente puro e da liga de Ti-6Al-4V. A superfície dos metais foi submetida a três tratamentos prévios à união: polimento com lixa 600, jateamento com óxido de Alumínio e a combinação destes dois tratamentos. Os corpos-de-prova foram unidos aos pares com o cimento resinoso e submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que os dois cimentos resinosos produziram valores médios de resistência ao cisalhamento de 31,0 MPa para o Panavia 21 e 28,9 MPa para o C&B Metabond. A maior parte dos corpos-de-prova unidos com o Panavia teve fratura do tipo adesiva entre metal e cimento resinoso e os unidos com C&B Metabond tiveram falha mista (coesiva cimento/adesiva interface).

KNIGHT *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência de união de uma resina composta a liga de Ni-Cr usando oito diferentes sistemas de união. A superfície de cilindros fundidos do metal foram polidas e jateadas com óxido de Alumínio 50 µm e um cilindro de resina foi unido a esta superfície com um dos seguintes sistemas adesivos: All bond 2, Optibond FI, Panavia 21, Permaquick, Optibond solo, Prime

bond 2.1 e Single Bond. Após o teste de cisalhamento, o sistema All Bond 2 mostrou os melhores resultados e o Panavia 21 com primer o menor. O All Bond 2 mostrou diferença estatisticamente significativa para os demais sistemas adesivos.

Com a intenção de comprovar a união química entre monômeros resinosos ácidos a base de carboxilatos, fosfatos ou silanos e os metais empregados em estrutura de próteses dentais, OHKUBO *et al.*, em 2000, avaliaram a resistência ao cisalhamento de uma resina de PMMA, usando cinco *primers* para metal, unida ao Titânio comercialmente puro, à liga de Titânio-Alumínio-Vanádio e à liga de Co-Cr. Discos de cada metal foram confeccionados, polidos com lixa 600 e submetidos ao jateamento com óxido de Alumínio. Os *primers* usados previamente à aplicação da resina de PMMA foram: Metal Primer (Metacriloiloxialquil Tiofosfato), Cesead Opaque Primer (10-MDP), Metal Base (4-META), Primer Experimental (10-epithiodecyl Metacrilato) e Siloc Bonding System (Metacriloxipropil Trimetoxisilano). Em um conjunto de discos não foi aplicado nenhum *primer*, sendo este considerado o Grupo controle. Após o teste de cisalhamento, os autores concluíram que todos os *primers* promoveram união efetiva entre a resina acrílica e os metais utilizados, sendo que para o Titânio comercialmente puro as médias de valores de resistência ao cisalhamento variaram de  $21,3 \pm 2,0$  MPa para o Meta Base (4-META) até  $28,1 \pm 2,0$  MPa para o Cesead Opaque Primer (10-MDP), o qual teve a maior média de resistência ao cisalhamento, mas somente se diferenciado estatisticamente do grupo do Meta Base e do Siloc Bonding System (24,6 MPa). Todos os grupos com utilização de

*primer* tiveram valores médios de resistência ao cisalhamento estatisticamente maiores do que o grupo sem a utilização de *primer* (controle).

Em 2000 COBB *et al.* Avaliaram o efeito de quatro métodos de preparo da superfície metálica e o uso do silano na resistência de união entre uma resina composta e uma liga de metal nobre. Foram fundidos 100 discos (8 X 1mm) em uma liga de Pd-Au, polidos e incluídos em resina fenólica. Oitenta discos foram divididos em quatro Grupos de 20 espécimes cada: Grupo 1- Superfície do metal desgastada com ponta diamantada; Grupo 2- Jateamento da superfície metálica com óxido de Alumínio 50  $\mu\text{m}$ ; Grupo 3: Abrasão à ar da superfície metálica com óxido de Alumínio 27  $\mu\text{m}$ ; Grupo 4 – Recobrimento com sílica 30  $\mu\text{m}$  (Co-Jet-ESPE). Após , os espécimes do Grupo 1,2,e 3 foram condicionados com ácido fosfórico 37 %. Em metade dos espécimes de cada Grupo foi aplicado agente de silanização (Bisco). Em 10 espécimes a parte foi aplicado somente o recobrimento de sílica e aplicação de silano da marca ESPE, gerando ao todo 9 Grupos de 10 elementos para o teste mecânico. Em todos os espécimes, subseqüentemente, foi aplicado o sistema de união All Bond 2 e um cilindro de resina composta fotoativada foi aplicado sobre a superfície metálica tratada com o auxílio de matriz plástica cilíndrica. Nos 10 cilindros restantes foi realizada análise em microscopia eletrônica de varredura e análise de Raios-X. Após armazenagem em água 37°C por 24 horas e termociclagem (300 ciclos 5 e 55°C) foi realizado o teste de cisalhamento. Após análise estatística, o Grupo que apresentou o maior valor médio de resistência ao cisalhamento foi o Grupo onde aplicou-se o Cojet associado ao silano (13,5 MPa) sendo estatisticamente

diferente dos demais. A menor média aconteceu no Grupo onde apenas foi realizada a asperização com ponta diamantada (2,9 MPa). Os autores concluíram que o silano teve influência significativa nos resultados do teste de resistência ao cisalhamento. Eles afirmaram que o silano aumenta o umedecimento da superfície do metal pois se ligaria a água adsorvida na superfície que compete com a resina composta na união com o metal, promovendo a união entre os óxidos metálicos e água com a resina composta através de pontes de hidrogênio formadas entre os radicais silanóis e a água.

TAIRA *et al.*, em 2000, avaliaram o efeito da ciclagem mecânica resistência ao cisalhamento e durabilidade dos cimentos resinosos Super-Bond C&B (Sun Medical), Panavia Fluoro Cement (Kuraray), dos cimentos de ionômero de vidro Fuji I (GC) e Ketac-Cem (ESPE) e do cimento de fosfato de Zinco Elite Cem (GC) unidos ao Titânio c.p. Foram torneados 128 discos de uma barra de Titânio c.p. medindo 10mm de diâmetro por 2,5mm de espessura e outros 128 disco medindo 8,0 mm de diâmetro por 0.3 mm de espessura. Após polimento até lixa d'água 600 da superfície dos espécimes, no centro dos discos maiores foi colocado fita adesiva contendo orifício central de 5mm e a superfície exposta de metal foi tratada conforme as recomendações de cada fabricante dos materiais de cimentação. O disco de menor foi então unido ao disco maior seguindo as instruções de cada material e com pressão digital (aproximadamente 60 N) por 20 s. Para cada agente cimentante foram unidos 32 discos, sendo que em oito discos o teste de cisalhamento foi realizado uma hora após a fixação, em outros oito discos após 24 hora de armazenagem em água à temperatura ambiente, em outros oito após



armazenagem em água destilada e ciclagem mecânica com o cursor colodado no centro do disco e outros oito seguindo o mesmo delineamento experimental, porém com o cursor posicionado a 0,5 mm da borda do disco menor. Após a realização de ensaio de compressão, os valores obtidos foram submetidos à análise estatística. Os resultados mostraram que o maior valor médio no ensaio mecânico foi obtido com o cimento resinoso Superbond C&B com armazenagem de 24 horas (27,6 MPa) e o menor valor médio com os ionômeros de vidros Fuji I e Ketac-Cem no modelo experimental 2 e com o cimento de fosfato de Zinco Elite C100 em todos os Grupos nos quais este foi usado (0,0 MPa). Assim, os autores concluíram que os maiores valores e a mais durável união foram obtidos com o cimento resinoso Superbond C&B.

CAUGHMAN *et al.*, em 2001, testaram o grau de conversão de seis diferentes cimentos resinosos de dupla ativação em diversas situações de uso clínico. Pequenas quantidades dos cimentos resinosos Calibra (Dentsply), Choice (Bisco), Insure (Cosmedent), Lute-It! (Jeneric/Pentron), Nexus (Kerr) e Variolink II (Ivoclar-Vivadent) foram ativadas das seguintes maneiras: 1- ativação dual através de tiras de poliéster; 2- ativação dual através de 3mm de porcelana; 3- auto-ativação sem exposição a qualquer tipo de luz; 4- somente o componente fotoativado exposto à luz do aparelho fotoativador através de uma tira de poliéster e 4 – somente o componente fotoativado exposto à luz do aparelho fotoativador através de uma camada de 3mm de porcelana, gerando assim 5 Grupos de cada produto testado. Após a confecção dos espécimes, estes foram submetidos à análise de conversão C-C em espectrometria de raios infravermelhos pelo método

de Furrier. Para cada produto testado os maiores valores de conversão foram obtidos com a ativação dual através da tira de poliéster e os menores valores obtidos com a ativação química somente, sem qualquer incidência de luz.

Com o objetivo de testar a resistência ao cisalhamento de dois sistemas para reparo intra-oral de restaurações de cerâmica, HASELTON *et al.* em 2001 confeccionaram 60 espécimes cilíndricos de porcelana, metal e metal/porcelana, sendo 20 espécimes para cada um deles. Estes foram ainda subdivididos em dois Grupos de 10 espécimes cada. Cilindros de resina composta foram unidos aos espécimes com um destes dois sistemas de reparo: Cojet System (ESPE) ou Ceramic Repair (Ivoclar). Em ambos sistemas a superfície aderente foi jateada com óxido de Alumínio e silanizada previamente à aplicação da resina composta reparadora. Após armazenagem em água destilada 37 °C por 24 horas e termociclagem, foi realizado o ensaio de cisalhamento e os resultados analisados estatisticamente. Os maiores valores foram obtidos para as restaurações metal/porcelana com o sistema Cojet (25,0 MPa) e os menores valores obtidos nas restaurações de metal utilizando o sistema Ceramic Repair (14,3 MPa). Os autores encontram diferença estatisticamente diferente entre os sistemas Cojet e Ceramic Repair, sendo os maiores valores médios obtidos com o Cojet. Ainda afirmam que o uso do silano e do jateamento melhoram a capacidade de união das resinas compostas aos substratos metálicos e cerâmicos.

PETRIE *et al.*, em 2001, realizaram trabalho *in vitro* com o objetivo de comparar a resistência à tração de dois diferentes tipos de ligas metálicas odontológicas submetidas a três diferentes tratamentos de superfície e cimentadas

ao esmalte humano com um cimento resinoso. Cilindros das ligas de Ni-Cr-Be e Au-Pd foram confeccionados e distribuídos em três diferentes Grupos de sete espécimes conforme o tratamento de superfície: Grupo 1- Ni-Cr-Be com condicionamento químico usando ácidos clorídrico e nítrico; Grupo 2- Au-Pd jateado com óxido de Alumínio 50µm e recobertos com Estanho (Sn) e Grupo 3 - Au-Pd jateado com óxido de Alumínio 50µm e tratamento com *Alloy Primer* (Kuraray). Os cilindros foram cimentados à superfície de esmalte de terceiros molares humanos extraídos e armazenados em soro fisiológico por 48 horas. A resistência à tração dos espécimes foi realizada e três espécimes fraturados de cada Grupo foram observados em microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva. Os autores encontraram diferença estatisticamente significativa entre os três tratamentos realizados e os valores médios encontrados no ensaio de tração foram: Grupo 1- 10, 6 (1,3) MPa; Grupo 2- 0,9 (0,2) MPa; Grupo 3- 13,4 (1,0) MPa. Na análise de fratura os espécimes dos Grupos 1 e 3 mostraram tendência a uma mescla de fratura coesiva do cimento resinoso e adesiva na interface metal/cimento resinoso e os espécimes do Grupo 2 mostraram fratura do tipo adesiva na interface cimento/metálico. Os autores destacaram a efetividade de união entre cimento resinoso e metal obtida através da aplicação do *Alloy Primer* e do jateamento com óxido de alumínio 50 µm e concluíram que o Grupo 3 obteve o melhor desempenho no ensaio de tração, seguido pelo Grupo 1 e após pelo Grupo 2.

SCHNEIDER & GÓES, em 2001, realizaram trabalho com objetivo de avaliar a resistência à tração de discos de Titânio comercialmente puro unidos aos

cimentos resinosos de ativação química e física Panavia Fluoro Cement e Rely X ARC. Para a realização do experimento, 120 discos de Titânio foram fundidos, embutidos em tubos de PVC com resina acrílica autopolimerizável, planificados e polidos com lixas d'água de granulações 320, 400 e 600. Uma área circular central com 4mm de diâmetro da superfície dos discos de Titânio foi submetida ao jateamento com óxido de Alumínio (50  $\mu$ m) e os discos limpos em água sob ultrassom por 10 minutos. Os espécimes foram divididos em 4 Grupos de 30 cada. Nos Grupos 1 e 3 os discos foram unidos aos 10 minutos após o jateamento e os Grupos 2 e 4 vinte e quatro horas após o jateamento. Nos Grupos 1 e 2 os discos de Titânio foram unidos com o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement, e os Grupos 3 e 4 com cimento resinoso Rely X ARC. Após armazenagem em água destilada a 37 °C por 24 horas, os corpos-de-prova foram submetidos a ensaio de tração axial em máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os valores obtidos foram submetidos à análise de variância em nível de significância de 5%. As médias e os desvios padrões dos valores obtidos em MPa foram : Grupo 1: 13,96 (3,60); Grupo 2: 14,76 (7,71); Grupo 3: 13,90 (6,08) e Grupo 4: 18,27 (7,34). Não houve diferença estatística significativa entre os grupos testados. A superfície dos corpos-de-prova fraturados foi observada em lupa estereoscopia com aumento de 60 vezes (60X) para a determinação do tipo de fratura provocada pelo ensaio de tração. Um corpo-de-prova de cada Grupo foi selecionado para observação em microscópio eletrônico de varredura. Ocorreu a combinação de falha adesiva entre cimento resinoso e Titânio e coesiva do cimento resinoso em todos os corpos-de-prova. Porém, nos Grupos 1 e 2 a falha predominante foi

coesiva no cimento resinoso Panavia Fluoro Cement e nos Grupos 3 e 4 a falha predominante foi adesiva entre o cimento resinoso Rely X ARC e o Titânio.

YANAGIDA et al., em 2001, realizaram pesquisa com o objetivo de avaliar o desempenho de condicionantes de metal e sistemas de condicionamento de superfície na resistência de união entre uma resina composta e uma liga de Titânio. Foram testados os seguintes condicionantes de metal : Acril bond, All Bond 2 Primer B, Cesead II Opaque Primer, Eye Sighth Opaque Primer, Metafast Bonding Liner, Metal Primer II e MR Bond e o sistema de condicionamento de superfície Siloc. Cento e quarenta e quatro discos (10 X 2,5 mm) da Liga de Titânio-Alumínio-Nióbio foram fundidos; destes, 128 foram lixados até lixa d'água 600 e jateados com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$ . Os dezesseis discos restantes foram tratados conforme o preconizado pelo fabricante do sistema Siloc. Cilindros de resina composta foram unidos a superfície do metal com a aplicação prévia dos condicionantes de metal. Após a ativação do cimento resinoso e armazenagem em água a 37°C por 24 horas, metade dos espécimes foram termociclados. Após a armazenagem e a termociclagem, os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que os Grupos tratados com o sistema Siloc obtiveram os maiores valores médio no teste de cisalhamento após termociclagem (26,8 MPa), seguido dos Grupos condicionados pelo Cesead II Opaque Primer ( 22,2 MPa) e Alloy Primer (19,2 MPa). Os autores concluíram que o uso de condicionante de metal e do sistema Siloc são métodos seguros e

eficazes para promover união de resinas compostas com a liga de Titânio-Alumínio-Nióbio.

Em 2002, GOHARIAN et al. avaliaram a resistência ao cisalhamento de porcelanas odontológicas a ligas de metais não nobres usando diferentes sistemas adesivos. Oitenta cilindros de Ni-Cr-Be (Rexilium III ) medindo 8 X 3mm foram fundidos, incluídos em resina acrílica, jateados com óxido de Alumínio 50  $\mu$ m e divididos em 4 Grupos. No Grupo controle foi sinterizado disco de porcelana (Vita Omega) sobre o metal jateado. Para os outros três Grupos foram confeccionados 60 discos de porcelana (Vita Omega) foram confeccionados, jateados com óxido de Alumínio 50  $\mu$ m e silanizados. Após os discos foram unidos ao metal usando os seguintes sistemas adesivos e cimentos resinosos: Scotchbond multiuso e cimento DuoCement; One Coat Bond e cimento DuoCement; cimento Panavia EX com seu sistema adesivo. Após termociclagem, foi realizado ensaio de cisalhamento, obtendo-se os seguintes resultados: Grupo controle 25,39 MPa, Panavia EX 19,10 MPa, ScotchBond multiuso 15,81 MPa e One Coat Bond 13,69 MPa. Os autores encontraram diferença estatisticamente significativa entre o Grupo controle e os restantes e entre o Grupo do Panavia EX e do One Coat Bond. Pode-se concluir que o jateamento com óxido de Alumínio 50  $\mu$ m é eficaz na promoção de união entre cimentos resinosos e metais não nobres e que o Panavia EX obteve os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento. Os autores ressaltam ainda que a utilização do jateamento associado com a silanização melhora a união dos cimentos resinosos às ligas metálicas odontológicas.

YANAGIDA et al. em 2002 avaliaram o efeito do tratamento superficial com oito condicionadores de metal e um sistema adesivo na união entre uma resina composta e o Titânio comercialmente puro. Cento e quarenta e quatro discos de Titânio foram afundidos e, 128 destes, jateados com óxido de Alumínio 50  $\mu\text{m}$  e condicionados com um dos seguintes *primers*: Acryl bond, Cesead II Opaque Primer, Primer B do All Bond 2, Alloy Primer, Eye Sight Opaque Primer, Metafast Bonding Liner, Metal Primer II e MR Bond. Os discos restantes foram condicionados com o sistema Siloc. Após o tratamento de superfície, cilindros de resina composta (Artglass) foram confeccionados e unidos à superfície tratada do Titânio. Metade dos corpos-de-prova foram submetidos à termociclagem. Em seguida, os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento resultando nos seguintes valores médios nos Grupos Termociclados: Cesead Opaque Primer 20,0 MPa, Siloc 19,0 MPa, Alloy Primer 12,6 MPa, Metal Primer II 6,2 MPa, Acryl Bond 5,7 MPa, MR Bond 4,6 MPa, Metafast 4,5 MPa, Eye Sight 4,2 e All bond Primer B 0,2 MPa; nos Grupos sem termociclagem : Cesead Opaque Primer 30,2 MPa, Siloc 24,6 MPa, Alloy Primer 26,3 MPa, Metal Primer II 16,2 MPa, Acryl Bond 14,5 MPa, MR Bond 11,2 MPa, Metafast 11,9 MPa, Eye Sight 8,6 e All bond Primer B 10,9 MPa. Os espécimes onde utilizou-se o Cesead Opaque Primer e o sistema Siloc foram estatisticamente superiores aos restantes nos Grupos termociclados. Os autores afirmaram que a união química destes condicionantes com o metal é do tipo iônica ou covalente e dá-se por uma reação de condensação entre os grupamentos fosfatados do monômero resinoso e os óxidos do metal, condensando água.

Em 2003, YANAGIDA *et al.*, avaliaram o desempenho de condicionadores de metal na resistência ao cisalhamento de resinas metacrílicas unidas à liga de Titânio-Alumínio –Nióbio. Discos da liga de Ti-6Al-7Nb foram fundidos, desgastados, jateados e unidos às resinas metacrílicas de ativação química Repairesin (RE), Super bond C&B (CB) e Tokuso Rebase (TR) utilizando oito diferentes condicionadores para metal para cada resina testada: Acrylbond (ACB), All-bond 2 Primer B (ABB), Alloy Primer (ALP), Cesead II Opaque Primer (COP), Metafast Bonding Liner (MBL), Metal Primer II (MPII), MR Bond (MRB), Super Bond Liquid (SBL). Como Grupo controle foi utilizado espécimes sem condicionamento. A resistência ao cisalhamento foi determinada antes e após termociclagem. O Grupo ALP-SB registrou o maior valor médio de resistência ao cisalhamento após termociclagem (21,8 MPa) seguido do Grupo COP-SB (17,8 MPa). Os valores médios de resistência ao cisalhamento pós-termociclagem dos Grupos SB sem condicionador e do ALP-RE foram estatisticamente equivalentes. Não ocorreram diferenças estatisticamente significativas entre os nove Grupos da resina TR, os quais apresentaram o menor valor médio de resistência ao cisalhamento.

Também em 2003, Matsumura *et al.* testaram a capacidade de união adesiva, com um cimento resinoso, da liga super-elástica de Níquel-Titânio (Ni-Ti). Discos de Ni-Ti, Ti puro e Ni puro foram fundidos, desgastados e jateados com alumina. Foi unido a suas superfícies o cimento resinoso Superbond C&B com a aplicação prévia do condicionador fosfatado Cesead Opaque Primer II. Após termociclagem, os valores de resistência de união demonstrados para os



espécimes condicionados foram 41,5 MPa para o Ni-Ti, 30, 4 MPa para o Ti e 19,5 MPa para o Ni, enquanto para os que não sofreram condicionamento foram de 21,6 MPa para o Ti, 19,3 MPa para o Ni-Ti e 9,3 Mpa para o Ni. A aplicação do condicionador aumentou a resistência de união para todos os espécimes, independentemente do metal ou liga utilizada. A fluorescência por raios-X revelou que o Ni uniu-se à superfície do cimento resinoso dos espécimes onde utilizou-se o Ni puro, indicando a corrosão do Ni ocorrida nesta interface. Os autores afirmaram que uniões duráveis às ligas de Ni-Ti podem ser obtidas poderiam ser obtidas com o uso combinado de condicionadores para metal à base de monômeros fosfatados e de cimentos resinosos ativados por tri-n-butilborano.

### **3- PROPOSIÇÃO**

Frente à importância da união entre os materiais de fixação e a superfície do Titânio na longevidade clínica das restaurações, este trabalho teve como objetivos:

1 - Avaliar a resistência à microtração da união metal e materiais de fixação, nas variáveis:

a – Tratamentos de superfície (jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  e polimento);

b - Materiais de fixação (cimento à base de resina Panavia Fluoro Cement e Rely X ARC);

c – Aplicação do agente condicionante .

2 – Analisar o padrão de falha ocorrido .



## 4 - MATERIAIS E MÉTODO

### 4.1 – MATERIAIS

Para a realização deste trabalho foram utilizados dois cimentos resinosos indicados para fixação de restaurações indiretas e de ativação dupla (química e física). Os lotes e fabricantes estão descritos na Tabela 1 e a composição está descrita na Tabela 2. Foi utilizado também o Titânio comercialmente puro grau 2, segundo a American Society for Testing and Materials (ASTM). A composição, propriedades e fabricante estão descritos na Tabela 3.

**Tabela 1 - Fabricantes e lotes dos cimentos resinosos de ativação dupla para fixação.**

<b>MATERIAL</b>	<b>FABRICANTE</b>	<b>LOTE</b>
Panavia Fluoro Cement	Kuraray Medical Corporation (Co.), Kurashiki, Okayama, Japão	011132
Rely X ARC	3M Dental Products Division, Saint Paul, MN, EUA	13090

Tabela 2 - Composição dos cimentos resinosos de ativação dupla para fixação.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO*
Panavia Fluoro Cement	<p><b>Pasta A:</b> Sílica coloidal, Bisfenol A Glicidil di-metacrilato (Bis-GMA), dimetacrilato hidrófilo e hidrófobo, Peróxido de Benzoíla.</p> <p><b>Pasta B:</b> vidro de Bário silanizado, Óxido de Titânio, Fluoreto de Sódio, Sílica coloidal, Bis-GMA, dimetacrilato hidrófilo e hidrófobo, di-Etanol p-Toluidina, Sulfinato de Sódio tri-Isopropílico Benzênico.</p> <p><b>ED Primer A:</b> Hidroxietil Metacrilato (HEMA), 10-Metacriloiloxidecil di-Hidrogênio Fosfato (MDP), NM ácido Aminosalicílico, di-Etanol p-Toluidina, água.</p> <p><b>ED Primer B:</b> NM ácido Aminosalicílico, Sulfinato de Sódio tri-Isopropílico Benzênico, di-Etanol p-Toluidina, água.</p> <p><b>Alloy Primer:</b> 6-n-4 Vinilbenzil Propilamino di-Tiona Triazina (VBATDT) e MDP.</p>
Rely X ARC	<p><b>Pasta A:</b> Bis-GMA, tri-Etileno Glicol di-Metacrilato (TEGDMA), partículas de Zircônia/Sílica (68% em peso), fotoiniciadores, amina, pigmentos.</p> <p><b>Pasta B:</b> Bis-GMA, TEGDMA, Peróxido de Benzoíla, partículas de Zircônia/Sílica (67 % em peso).</p> <p><b>Ceramic Primer:</b> Gama-Metacriloxipropil tri-metoxi – silano, Etanol, água.</p>

\* Informações do fabricante

Tabela 3 - Composição, fabricante, lote e propriedades do Titânio comercialmente puro grau 2\*.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO (% EM PESO)	FABRICANTE	LOTE	PROPRIEDADES**
Titânio comercialmen te puro Grau 2*	Oxigênio: 0,18	Dentaurum, Ispringen, Alemanha	100-101- 20	- Módulo de
	Ferro: 0,03			elasticidade :
	Hidrogênio:			100 Gigapascal
	0,015			(GPa).
	Carbono: 0,1			
	Nitrogênio: 0,03			- Limite proporcional:
	Titânio: Balanço para 100%			235 Mega Pascal (MPa)
				- Resistência à tração:
				345 MPa
				- Densidade:
				4,5 gramas por centímetro cúbico (g/cm <sup>3</sup> )

\* segundo classificação da ASTM

\*\* adaptado de LAUTENSCHLAGER & MONAGHAN, 1993.

## 4.2 - MÉTODO

### 4.2.1 – Confeção das amostras

Foram confeccionados 80 cilindros em cera para fundição (Kerr) usando uma matriz plástica medindo 10 mm de altura e 1,3 mm de diâmetro (Figura 1 A e B). Os cilindros em cera foram fixados em base conformadora de cadinho por meio de bastões de cera, banhados com solução umectante (Waxit-Degussa) e posicionados no interior de um cilindro de silicone (Figura 2 A e B). Revestimento aglutinado por fosfato monoamônia (Rematitan® Plus - Dentaaurum) foi proporcionado na relação de 40 mililitros do líquido para 250 gramas do pó , espatulado sob vácuo por 60 segundos e vazado sob vibração para dentro do cilindro de silicone contendo os padrões de cera.

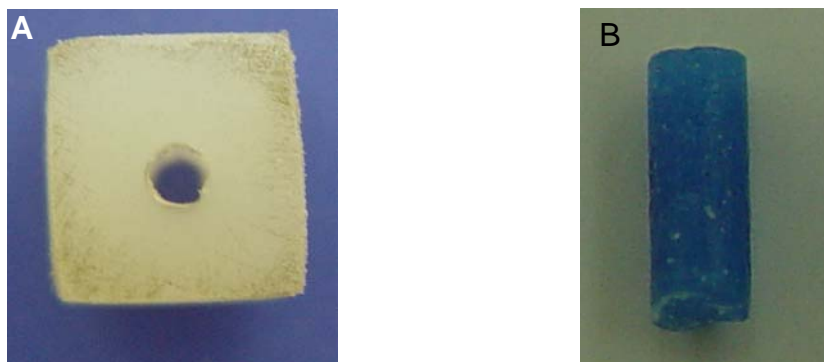


Figura 1 - Sistema de confecção dos padrões de cera: **A-** Matriz plástica cilíndrica para confecção dos padrões de cera. **B-** Padrão de cera cilíndrico.

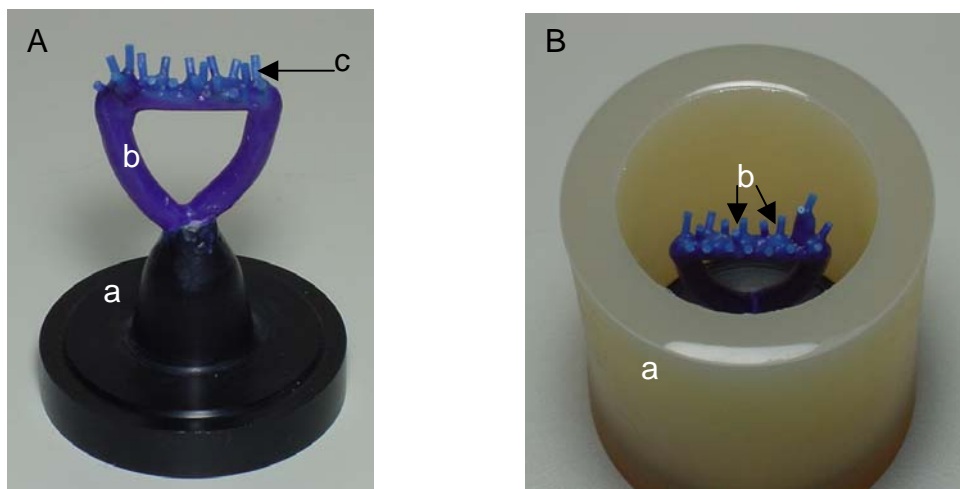


Figura 2 - Fixação dos padrões na base conformadora de cadinho: **A** – Padrões de cera fixados nos condutos de alimentação e na base conformadora de cadinho. a) base conformadora de cadinho; b) conduto de alimentação; c) padrões de cera. **B** – Colocação do cilindro de silicone. a) cilindro de silicone; b) padrões de cera.

Terminada a presa inicial do revestimento (2 minutos), o cilindro de silicone foi removido e após a presa final (45 minutos), o revestimento contendo os padrões de cera foi posicionado no interior de um forno elétrico (Vulcan-NEY) para realização do ciclo térmico de eliminação da cera e expansão do revestimento. O ciclo térmico consistiu de aumento da temperatura do forno até 150 graus Celsius (°C), a qual permanecia por 90 minutos. Então, a temperatura foi aumentada de 150 °C para 250 °C, permanecendo por mais 90 minutos. Em seguida, a temperatura foi aumentada para 1000 °C e permaneceu por 60 minutos. A seguir, a temperatura foi diminuída de 1000 °C para 550 °C e nessa temperatura o tempo



de permanência foi de 120 minutos. A taxa de aumento e diminuição de temperatura foi de 5 °C por minuto. Ao fim deste ciclo, o Titânio comercialmente puro grau 2 (22 gramas para cada cilindro de revestimento) foi fusionado em máquina de indução elétrica com atmosfera de gás argônio (Rematitan – Dentaurum). Na parte superior da câmara de fundição realizou-se a fusão do metal na presença do gás e sob pressão de 2 atmosferas. Na parte inferior foi fixado o cilindro de revestimento onde, sob vácuo, foi injetado o metal liquefeito (Figura 3 A e B). Após a fundição e resfriamento, cilindros de Titânio fundido foram submetidos à limpeza por meio de jateamento com óxido de Alumínio com partículas de 150µm (OXYKER DRY – F.MANFREDI) para a remoção dos resíduos de revestimento e separados dos ductos de alimentação com discos de carborundum (DENTAURUM). As extremidades dos cilindros foram planificadas, desgastadas e polidas manualmente, com auxílio de matriz plástica rígida posicionadora, a qual manteve os cilindros com seu longo eixo perpendiculares à superfície de desgaste, com lixas d'água de granulação 180, 400, 600 e 1000 seqüencialmente.

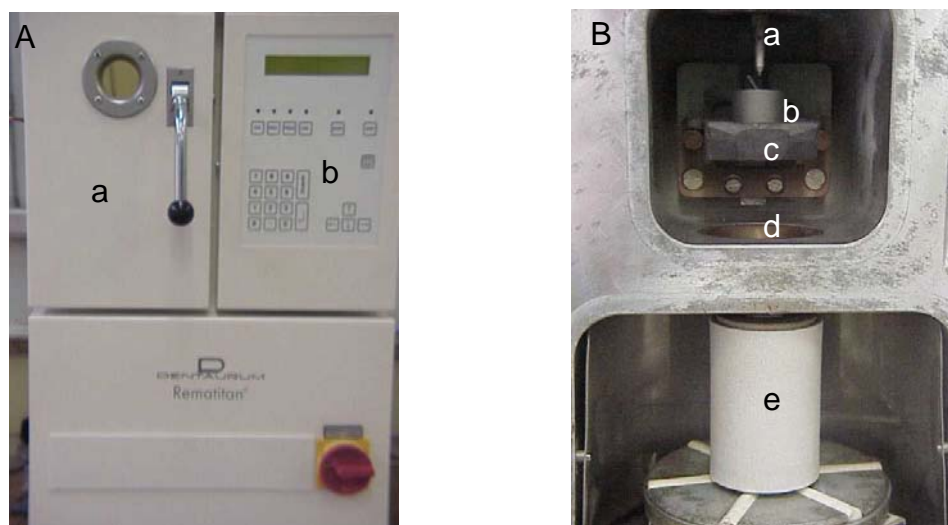


Figura 3 - Máquina para fundição do Titânio: **A** – Forno de fundição por arco voltaico. a) porta do compartimento de fundição; b) painel de controle; **B** – Compartimento de fundição. a) eletrodo; b) cilindro de 22g de Titânio comercialmente puro; c) cadinho; d) funil de acesso ao cilindro de revestimento; e) cilindro de revestimento.

#### 4.2.2 - Preparação da superfície dos cilindros de Titânio para o procedimento de fixação

Após o polimento, a superfície de união de 40 cilindros de Titânio foram jateados com partículas óxido de Alumínio de 50 micrometros ( $\mu\text{m}$ ) (SANDBLASTER-DANVILLE ENGINEERING) por 5 segundos, a 5mm de distância da superfície com pressão de 80 PSI (Figura 4 A e B). Para padronizar a distância do bico ejetor do jateador em relação à superfície foi utilizada matriz de silicone com 1,3 mm de diâmetro e 5 mm de altura. Após a remoção dos excessos de

óxido de Alumínio com jato de ar comprimido, os cilindros foram submetidos à limpeza em água com ultra-som por 10 minutos.

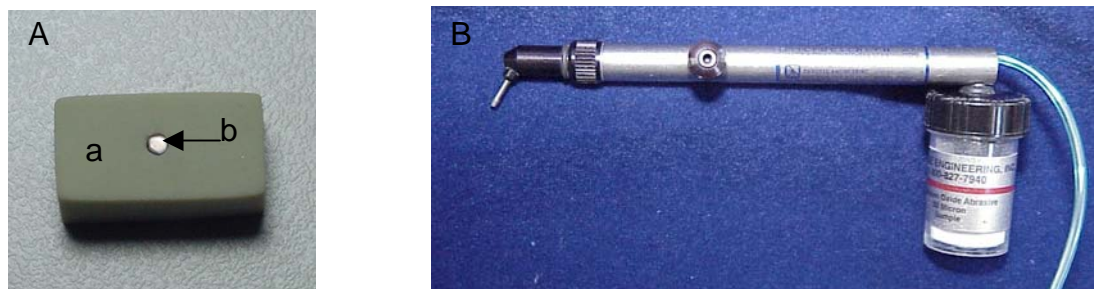


Figura 4 - Sistema para jateamento dos discos de Titânio: **A-** Matriz posicionadora de silicone. a) matriz cilíndrica de silicone; b) cilindro de Titânio posicionado para receber o jateamento. **B-** Aparelho jateador.

Os 40 cilindros polidos e os 40 cilindros jateados foram divididos em oito Grupos contendo 10 cilindros em cada um, sendo 4 Grupos constituídos de cilindros polidos e 4 Grupos de cilindros jateados distribuídos da seguinte maneira: Grupos 1, 2, 5 e 6 compostos por cilindros polidos e os Grupos 3, 4, 7 e 8 compostos de cilindros jateados .

#### 4.2.3 - Procedimentos de união nos cilindros de Titânio

Na superfície dos cilindros de Titânio dos Grupos 1, 2, 3 e 4 foram fixados cilindros de cimento resinoso Panavia Fluoro Cement construídos com o auxílio de matriz de silicone com orifícios medindo 1,3 mm de diâmetro e 10 mm de altura (Figura 5). A superfície dos cilindros dos Grupos 1 e 3 foram condicionadas conforme instruções do fabricante e nos Grupos 2 e 4 o cimento resinoso foi aplicado diretamente sobre a superfície de Titânio. Nos Grupos 5, 6, 7 e 8, sobre a superfície dos espécimes, cilindros do cimento resinoso Rely X ARC

foram confeccionados da mesma maneira descrita para os Grupos anteriores. Contudo, nos Grupos 5 e 7 a superfície dos espécimes foi condicionada conforme instruções do fabricante e nos Grupos 6 e 8, o cimento resinoso foi aplicado diretamente sobre a superfície de Titânio. Os procedimentos relativos a proporção, manipulação e tempo de ativação física dos cimentos resinosos foram realizados de acordo com as recomendações dos fabricantes em todos os Grupos. O detalhamento da seqüência de confecção e união dos cilindros de cimento resinoso aos cilindros de Titânio foi realizado como segue:

- Cimento resinoso Panavia Fluoro Cement: após os procedimentos de polimento ou jateamento foi aplicado na superfície dos cilindros o condicionador de metais *Alloy Primer*; em seguida, partes iguais do ED *Primer A* e *Primer B* foram misturadas em um recipiente plástico e aplicadas na superfície do Titânio, deixando-os agir durante 1 minuto. Após a secagem da superfície, comprimentos iguais (3mm) da Pasta A e Pasta B do cimento resinoso Panavia Fluoro Cement foram proporcionados, misturados por 10 segundos até a obtenção de uma massa com cor homogênea. O cimento resinoso foi aplicado dentro dos orifícios da matriz de silicone previamente posicionada sobre o cilindro de Titânio com o auxílio de espátula plástica. Em seguida, o cimento resinoso foi fotoativado durante 40 segundos com aparelho fotoativador XL 3000 (3M Co.) com intensidade de luz de  $500 \text{ mW/cm}^2$  previamente aferida. A matriz de silicone foi removida e, finalmente, foi aplicado em toda a superfície do cilindro de cimento resinoso gel protetor Oxyguard II por 3 minutos, para evitar a ação do oxigênio no processo químico de polimerização da camada superficial do cimento, sendo em seguida lavado com água para sua remoção.

- Cimento resinoso Rely X ARC: seguindo o delineamento experimental , foi aplicado nos cilindros de Titânio a solução *Ceramic Primer* e em seguida seca com jatos de ar por 5 segundos. O cimento resinoso para fixação Rely X ARC foi proporcionado em comprimentos iguais (3mm) das pastas A e B e misturados até a obtenção de uma massa homogênea para aplicação na superfície dos cilindros de Titânio. Os procedimentos de posicionamento da matriz de silicone, inserção e fotoativação do cimento resinoso foram realizados de maneira idêntica ao do cimento Panavia Fluoro Cement.

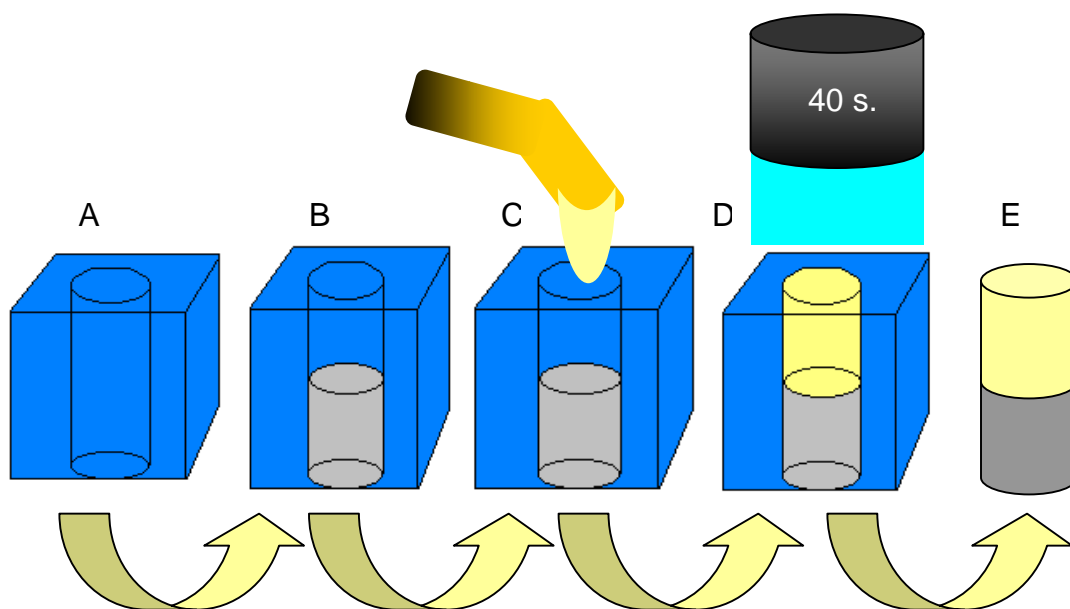


Figura 5 - Desenho esquemático do sistema de posicionamento e fixação dos cilindros de Titânio às resinas compostas: **A** - Matriz posicionadora; **B** - Cilindro de Titânio, com superfície pronta para união, colocado dentro da matriz posicionadora; **C** - Colocação do cimento resinoso na matriz posicionadora; **D** - Fotoativação do cimento resinoso por 40 segundos; **E** - Corpo-de-prova pronto para o ensaio.

Ao término da polimerização dos cimentos resinosos para fixação, os corpos-de-prova foram desgastados em sua superfície lateral com ponta diamantada cilíndrica Nº 3097 (KG-SORENSEN) a fim de remover os pequenos excessos de cimento resinoso provenientes da superfície de união e armazenados por 24 horas em água destilada a 37° C (Figura 6). Ao final dos procedimentos de união, foram obtidos oito Grupos testes: Grupo 1-Panavia Fluoro Cement (PF) polido com condicionante (MC) ; Grupo 2– PF polido sem MC; Grupo 3- PF jateado com MC; Grupo 4 – PF jateado sem MC; Grupo 5(G5)- Rely X(RX) polido com MC; Grupo 6(G6)- RX polido sem MC; Grupo 7(G7)- RX jateado com MC; Grupo 8(G8)- RX jateado sem MC.

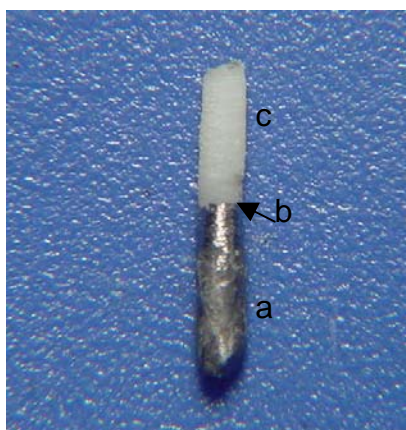


Figura 6 - Corpo-de-prova: a) cilindro de Titânio; b) Interface de união; e, c) cilindro de cimento resinoso de ativação dupla para fixação.

#### 4.2.4 - Ensaio de Microtração

Após armazenagem em água por 24 horas a 37 °C, os corpos-de-prova foram presos à matriz metálica para ensaio de tração, a qual estava previamente fixada na máquina de ensaio universal (INSTRON modelo 4411), com adesivo de contato SUPEBONDER GEL (Loctite) acelerado pelo catalisador 7452 (Loctite) e submetidos à tração axial com velocidade de 0,5 milímetros por minuto (Figura 7

A e B). Em cada corpo-de-prova foram executadas quatro medições, com paquímetro digital (MITUTOYO), do diâmetro da região de interface cimento resinoso/Titânio previamente ao ensaio mecânico para obtenção da área média de união. Os resultados de resistência à tração foram registrados em kilogramas-força (kgf). Para o cálculo da resistência à tração, os valores em kgf foram calculados de acordo com a seguinte equação matemática:

$$R_t = \frac{F}{A}$$

**R<sub>t</sub>** - resistência à tração

**F** - força em kgf obtida no ensaio de tração

**A** - área de união do disco de Titânio em milímetros quadrados (mm<sup>2</sup>).

Os valores resultantes foram transformados em MPa, segundo a relação de 1 kgf/mm<sup>2</sup> = 9,807 MPa, e submetidos à análise de variância multifatorial (5%) e teste de Tukey (5%).

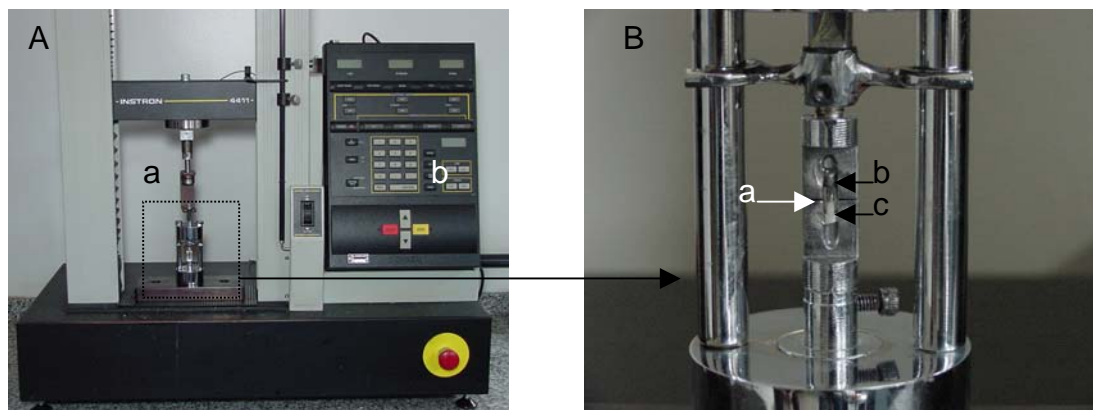


Figura 7 - Máquina de ensaio universal e sistema de tração. **A** - Máquina de ensaio universal Instron 4411. a) sistema metálico adaptado ao mordente da máquina universal e usado para o ensaio de tração dos corpos-de-prova; b) painel de controle da máquina universal. **B** -

Corpo-de-prova posicionado no sistema de tração. a) região de interface de união entre o cilindro de Titânio unido com as resinas compostas de dupla ativação; b) cilindro de Titânio; c) cilindro de resina composta.

#### **4.2.5 - Análise do tipo de fratura**

Após o ensaio de tração, as superfícies de união entre os cimentos resinosos e os cilindros de Titânio fraturados foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (Jeol 8500) com aumento de 70X e 140X. Para observação neste aparelho, a superfície teste dos cilindros de Titânio foi limpa com água com ultra-som por 10 minutos e secos com jato de ar. Após fixação em porta-amostras metálico, com fita de carbono adesiva, a superfície de fratura foi submetida à metalização com liga de Ouro-Paládio em aparelho metalizador BAL-TEC SCD 050.

Os tipos de fratura foram classificados da seguinte forma:

- Fratura adesiva entre metal e cimento resinoso;
- Fratura coesiva no cimento resinoso;
- Fratura mista com predominância coesiva: falha coesiva no cimento resinoso e adesiva entre cimento resinoso e metal com predominância de falha coesiva no cimento resinoso em mais de 50 % da área;
- Fratura mista com predominância adesiva: falha coesiva no cimento resinoso e adesiva entre cimento resinoso e metal com predominância de falha adesiva entre cimento resinoso e metal em mais de 50 % da área.



Para a medição da área, quando a fratura era considerada mista, utilizou-se a ferramenta “scale” do programa informatizado de controle do referido microscópio eletrônico.

## **5 - RESULTADOS**

### **5.1 - Ensaio de resistência à microtração**

Os valores originais obtidos nos ensaios de microtração estão dispostos no apêndice (Tabela 10). Para efeito de análise estatística, os seguintes fatores foram considerados: cimento resinoso, tratamento de superfície e condicionadores de metal. Os valores médios de microtração foram submetidos à análise de variância e posteriormente ao teste de Tukey, em nível de 5%.

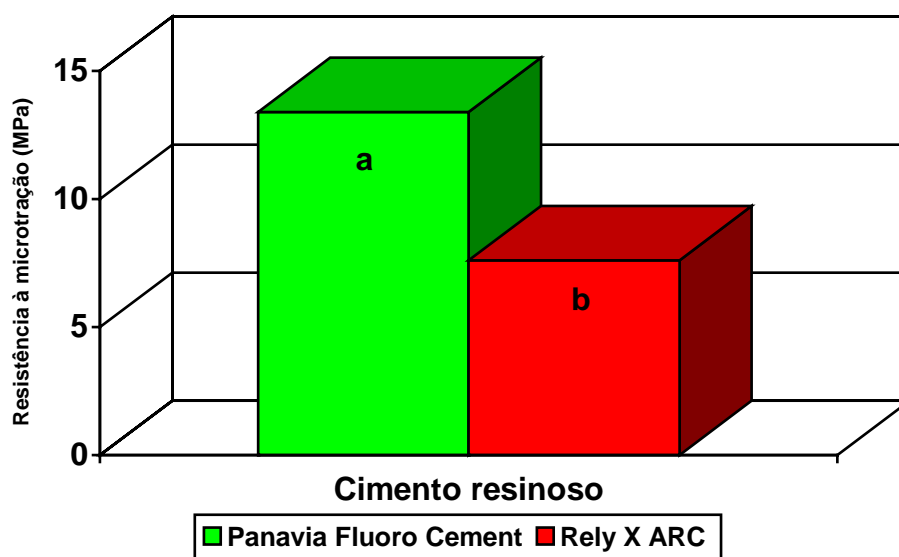
A análise estatística mostrou que houve diferença significativa quando foram analisados os fatores (cimento resinoso, tratamento de superfície e condicionadores de metal) isoladamente e nas interações cimento resinoso X condicionador de metal e tratamento de superfície X condicionador de metal . Contudo, não ocorreu diferença estatisticamente significativa nas interações de todos os fatores e dos fatores cimento resinoso X tratamento de superfície.

Na Tabela 4 e Figura 8 observa-se que o valor médio obtido com o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement foi estatisticamente superior em relação a resina Rely X ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 4** – Valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal/materiais de fixação. Desvio padrão entre parênteses.

Material de fixação	Valores médios de resistência à microtração (MPa)
Panavia Fluoro Cement	13,40 (0,58) a
Rely X ARC	7,60 (0,70) b

Médias seguidas de letras distintas na coluna diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

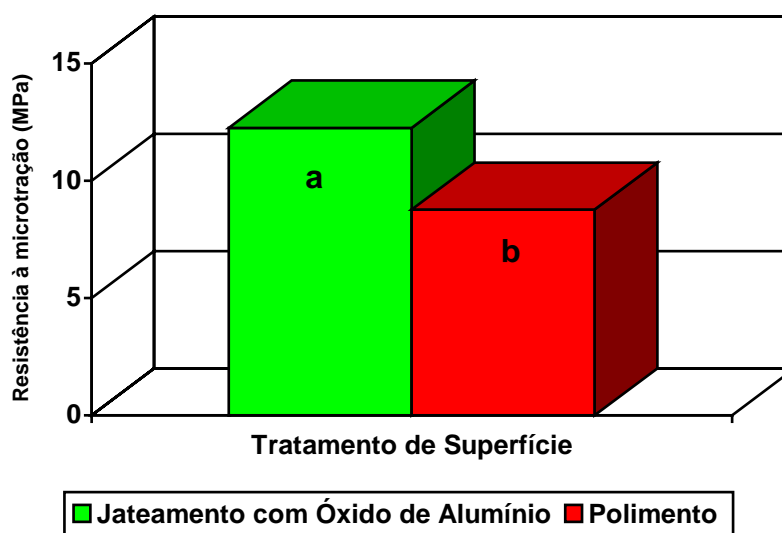
**Figura 8** – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal/materiais de fixação.

Quando a resistência à microtração foi comparada entre os tipos de tratamentos superficiais, os resultados (Tabela 5 e Figura 9) mostram que o jateamento com óxido de alumínio proporcionou valores estatisticamente superiores em relação ao polimento ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 5** - Valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para cada tratamento superficial. Desvio padrão entre parênteses.

Tratamento superficial	Valores médios de resistência à microtração (MPa)
Jateamento com Óxido de Alumínio	12,26 (0,68) a
Polimento	8,77 (0,81) b

Médias seguidas de letras distintas na coluna diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

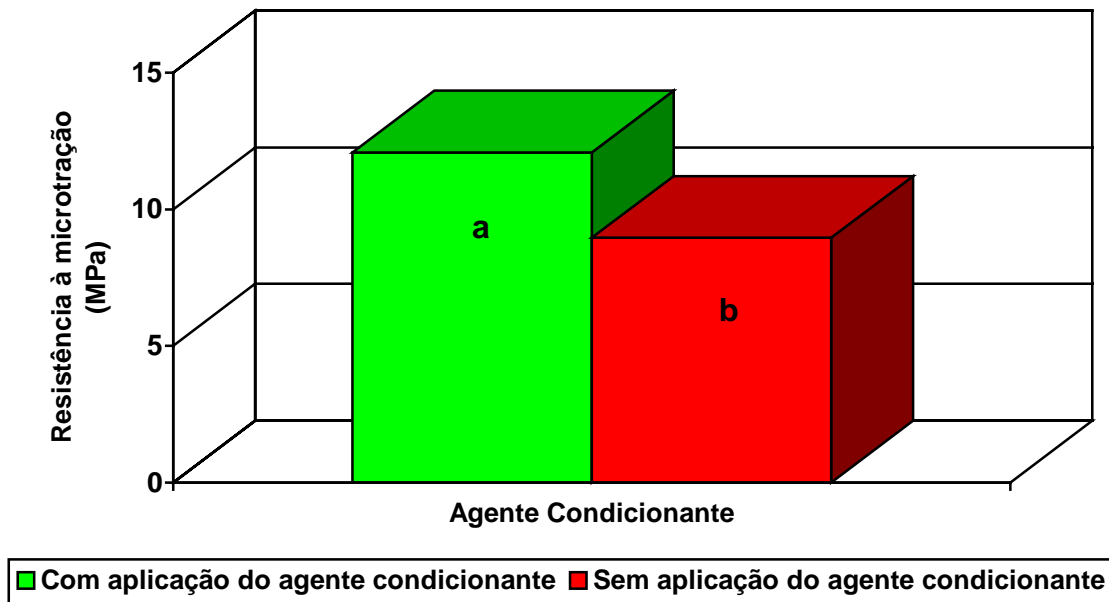
**Figura 9** – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para cada tratamento superficial.

A Tabela 6 e Figura 10 mostram os valores médios de resistência à microtração da união metal / materiais de fixação, para superfícies com e sem aplicação do agente condicionante. As superfícies que receberam aplicação do agente condicionante mostraram valores estatisticamente superiores em relação às superfícies sem aplicação do agente condicionante ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 6-** Valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para superfícies com e sem aplicação do agente condicionante, independente do material de fixação e tratamento superficial. Desvio padrão entre parênteses.

Agente condicionante	Valores médios de resistência à microtração (MPa)
Com aplicação do agente condicionante	12,08 ( 0,61) a
<b>Sem aplicação do agente condicionante</b>	8,95 (0,87) b

Médias seguidas de letras distintas na coluna diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

**Figura 10** – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para superfícies com e sem aplicação do agente condicionante.

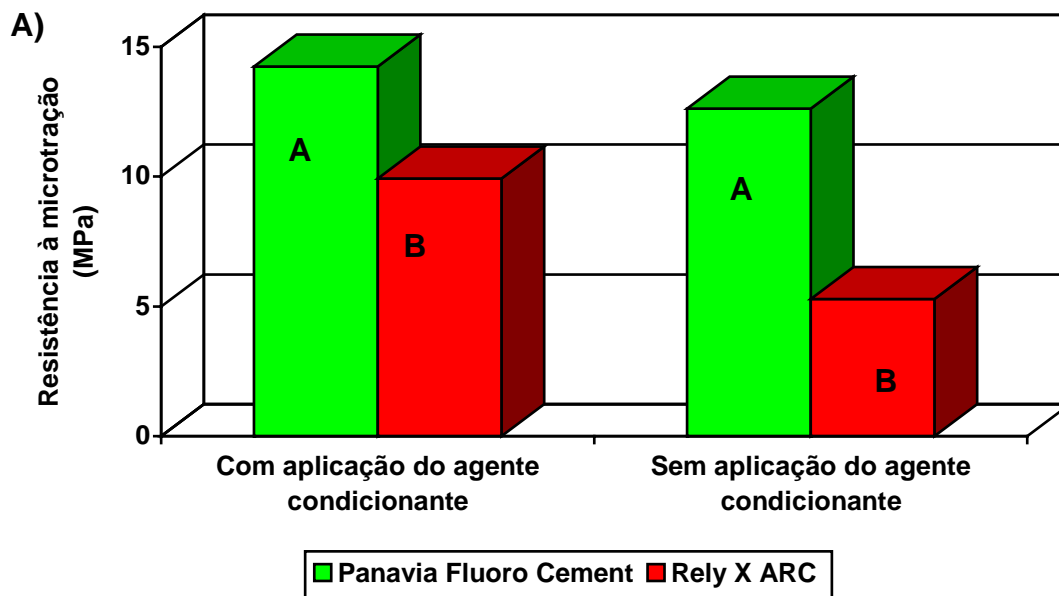
Na Tabela 7 observa-se que os resultados de resistência à microtração quando o metal foi fixado com o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement em superfície onde foi aplicado o agente condicionante não apresentaram diferença estatística em relação a superfície sem aplicação do agente condicionante ( $p > 0,05$ ). Já, para o cimento resinoso Rely X ARC o agente condicionante proporcionou valores estatisticamente superiores em relação as superfícies não condicionadas ( $p < 0,05$ ). Quando o agente condicionante foi usado (Figura 11), as amostras fixadas com o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement foram estatisticamente superiores as fixadas com o cimento resinoso Rely X ARC

( $p < 0,05$ ). Resultados semelhantes foram obtidos para as amostras sem aplicação do agente condicionante.

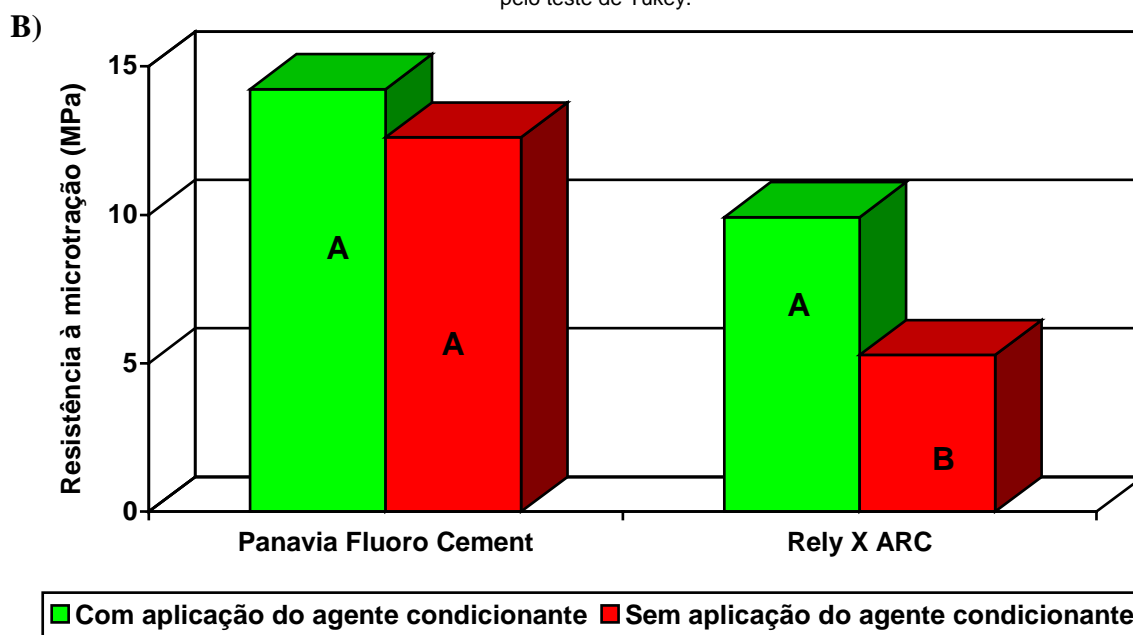
**Tabela 7-** Valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para interação dos fatores cimento à base de resina e agente condicionante. Desvio padrão entre parênteses.

<b>Agente condicionante</b>	<b>Panavia Fluoro Cement</b>	<b>Rely X ARC</b>
Com aplicação do agente condicionante	14,23 (0,58) a, A	9,92 (0,48) a, B
Sem a aplicação do agente condicionante	12,61 (0,59) a, A	5,28 (0,59) b, B

Médias seguidas de letras distintas minúscula na coluna e maiúscula na linha diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas dentro de cada condição de tratamento diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas dentro de cada condição de tratamento diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

**Figura 11** – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para interação dos fatores cimento à base de resina e agente condicionante. A) Interação do fator cimento resinoso dentro do fator agente condicionante. B) Interação do fator agente condicionante dentro do fator cimento resinoso.

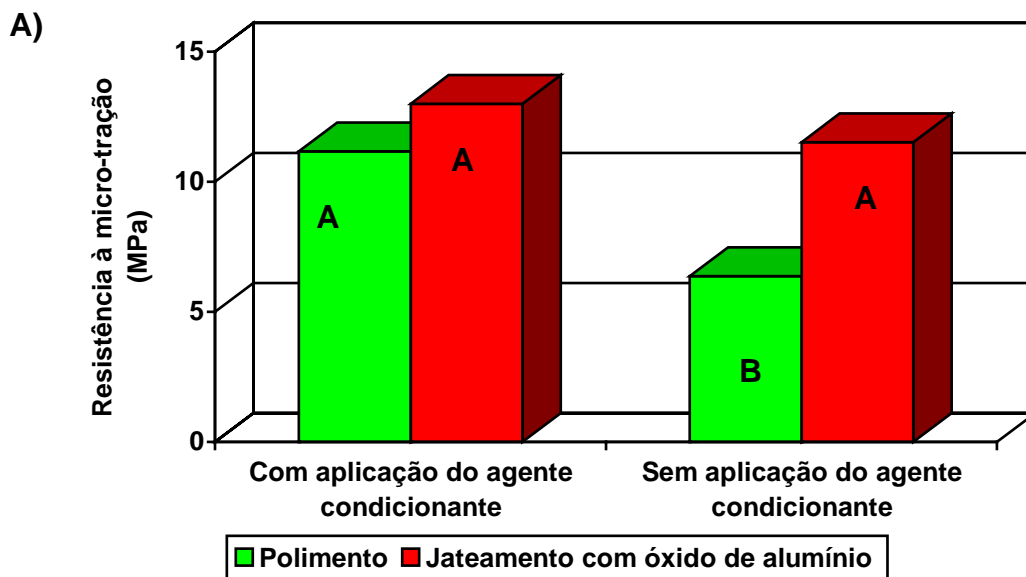


Na Tabela 8 observa-se que os resultados de resistência à microtração para a superfície polida em superfície onde foi aplicado o agente condicionante apresentaram valores estatisticamente superiores em relação a superfície sem aplicação do agente condicionante ( $p < 0,05$ ). Já, para a superfície jateada com óxido de alumínio, o agente condicionante não proporcionou diferença estatística em relação as superfícies não condicionadas. Quando o agente condicionante foi aplicado nas superfícies polidas ou jateadas com óxido de alumínio nenhuma diferença estatística foi observada ( $p > 0,05$ ) (Figura 12). Entretanto, para as superfícies sem aplicação do agente condicionante, a superfície jateadas com óxido de alumínio proporcionou valores de resistência estatisticamente superiores em relação as superfícies polidas ( $p < 0,05$ ).

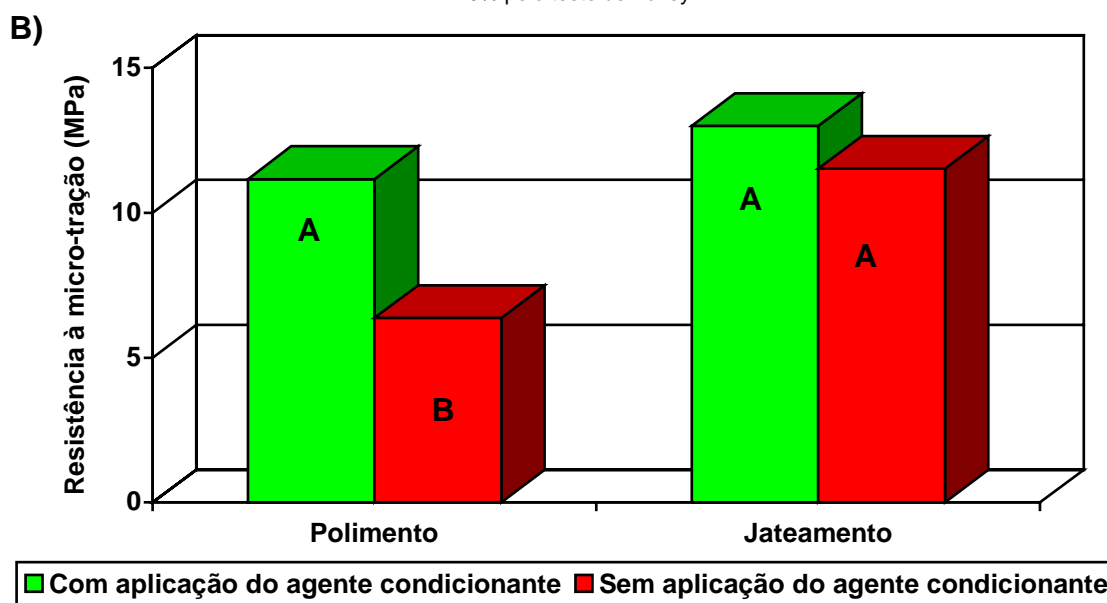
**Tabela 8** - Valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para interação dos fatores agente condicionante e tratamento superficial. Desvio padrão entre parênteses.

<b>Agente condicionante</b>	<b>Polimento</b>	<b>Jateamento com óxido de alumínio</b>
Com aplicação do agente condicionante	11,16 (0,60) a, A	12,99 (0,60) a, A
Sem aplicação do agente condicionante	6,37 (0,75) b, B	11,52 (0,75) a, A

Médias seguidas de letras distintas minúscula na coluna e maiúscula na linha diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas dentro de cada condição de tratamento diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.



Médias seguidas de letras distintas dentro de cada condição de tratamento diferem estatisticamente entre si, ao nível de 5% pelo teste de Tukey.

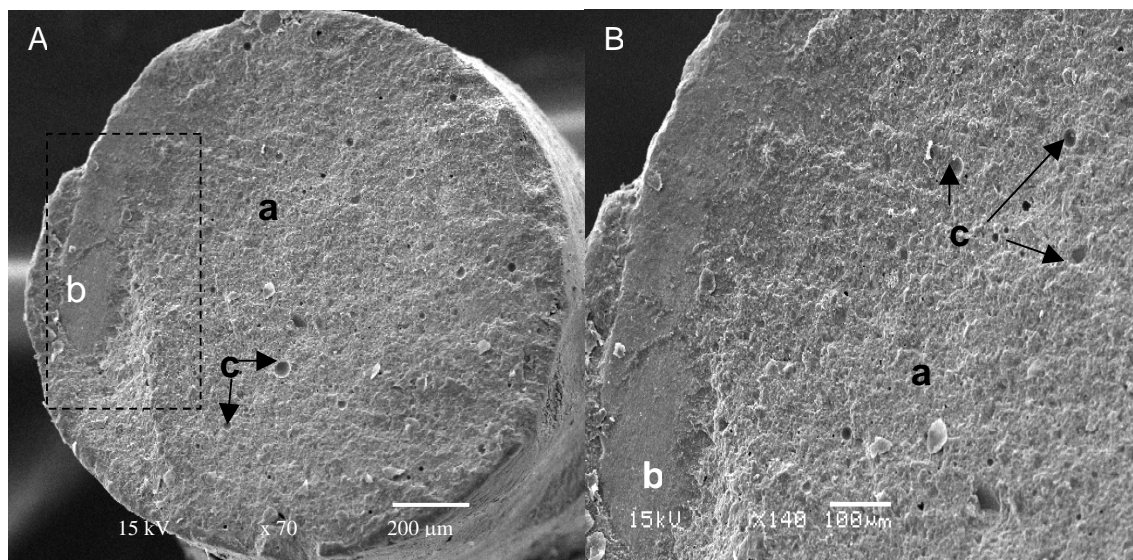
**Figura 12** – Ilustração gráfica dos valores médios de resistência à microtração (MPa) da união metal / materiais de fixação, para interação dos fatores agente condicionante e tratamento superficial. A) Interação do fator tratamento superficial dentro do fator agente condicionante. B) Interação do fator agente condicionante dentro do fator tratamento de superfície.

## 5.2 Análise dos tipos de fratura após o ensaio mecânico

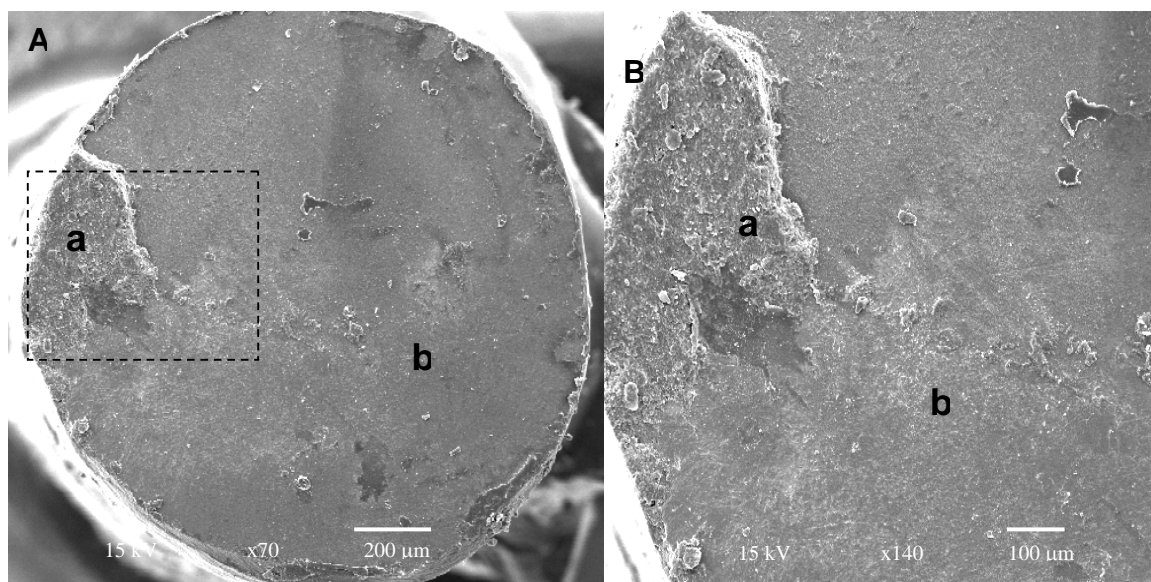
A análise em microscópio eletrônico dos espécimes fraturados no teste de microtração mostrou que para os Grupos 1 a 4 (Panavia Fluoro Cement) a maior parte dos corpos-de-prova apresentaram fratura mista com predominância coesiva. Os espécimes dos Grupos 5 a 8 (Rely X ARC) apresentam falha do tipo mista com predominância adesiva em sua maioria (Figuras 13 a 20). A Tabela 9 mostra a distribuição do tipo de falha em cada Grupo ensaiado.

**Tabela 9** – Padrão de falha ocorrido nos 80 corpos-de-prova em cada grupo experimental.

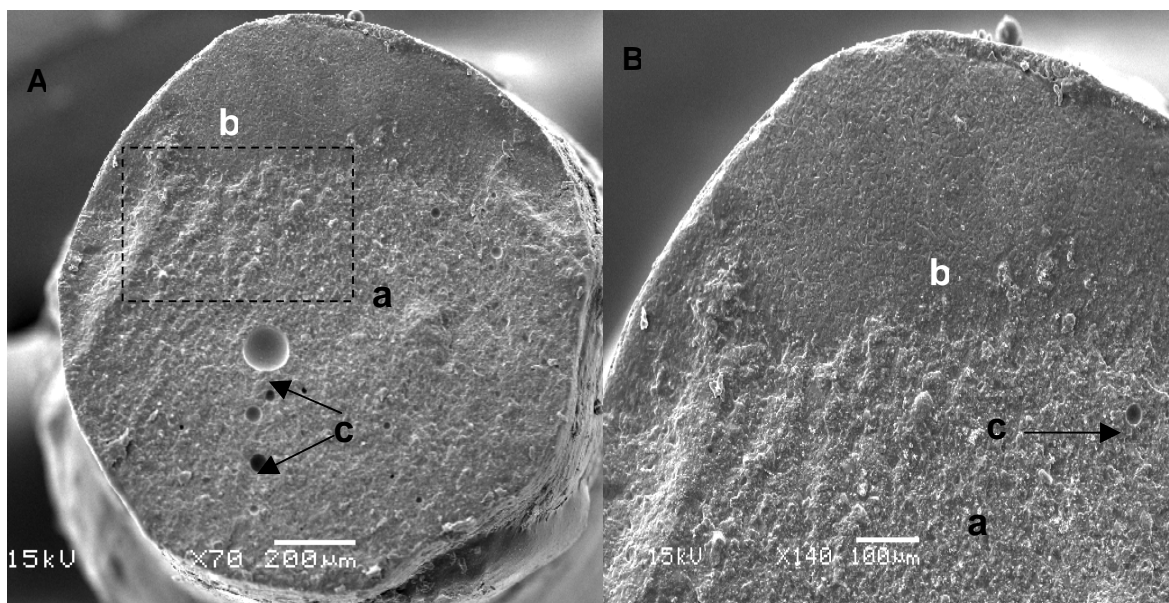
Grupos	Número de corpos-de-prova (n)	Tipo de falha predominante
1	10	Mista com predominância coesiva
2	10	Mista com predominância adesiva
3	10	Mista com predominância coesiva
4	10	Mista com predominância coesiva
5	10	Mista com predominância adesiva
6	10	Mista com predominância adesiva
7	10	Mista com predominância adesiva
8	10	Mista com predominância adesiva



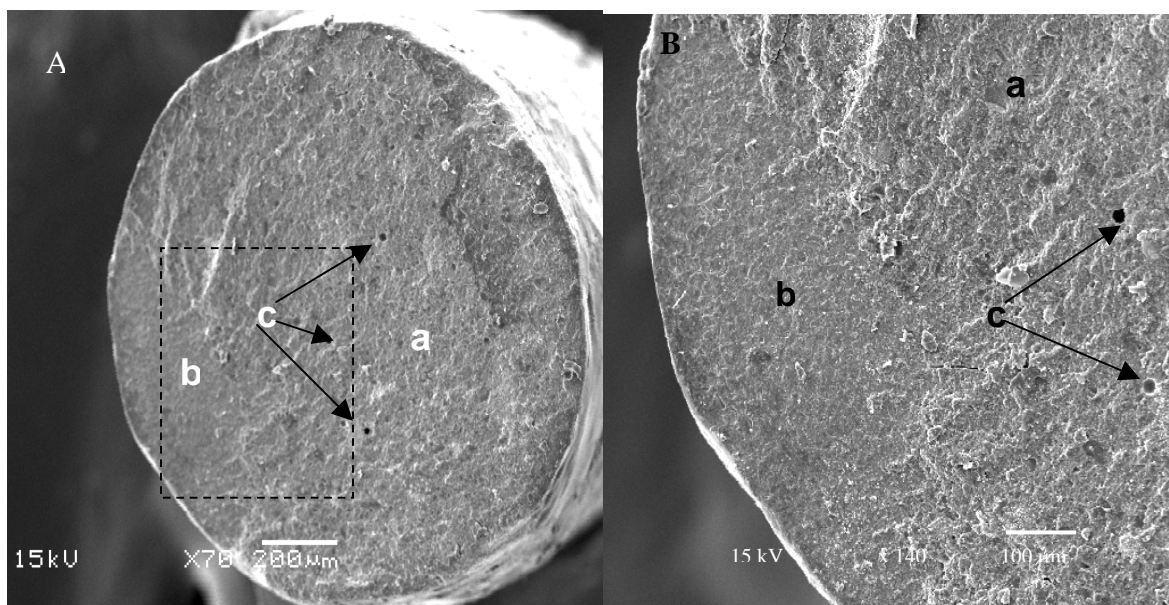
**Figura 13** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 1 no qual foi utilizado o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement com a superfície polida e com utilização do Alloy Primer. A fratura é do tipo mista com predominância coesiva no cimento resinoso. **A-** superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B-** Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva; c) poros.



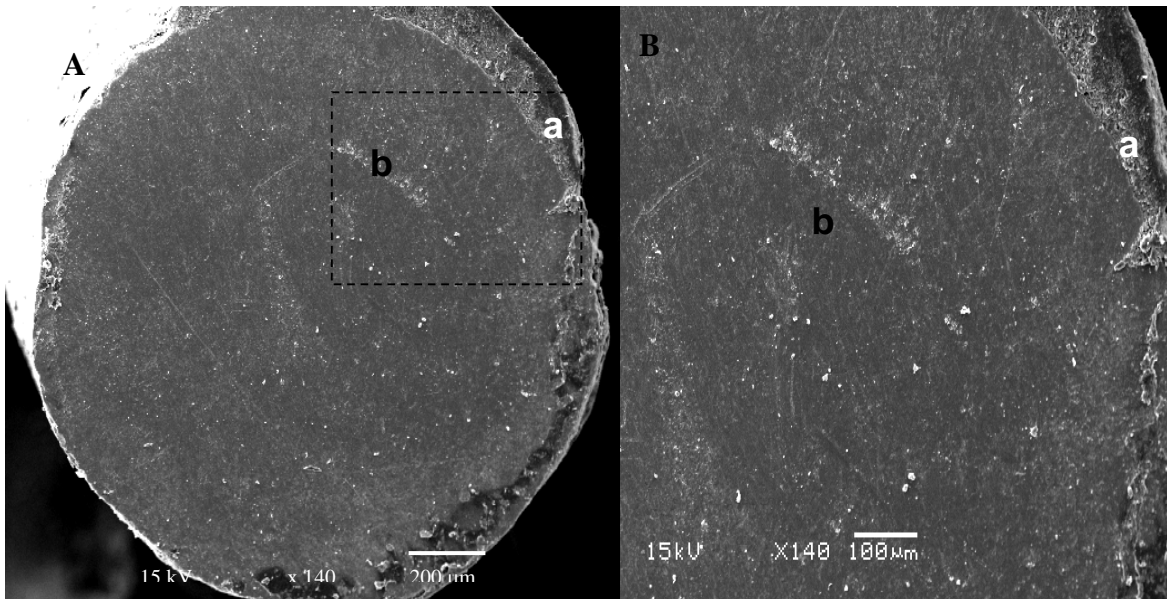
**Figura 14** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 2 no qual foi utilizado o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement com a superfície polida e sem a utilização do Alloy Primer. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva . **A-** superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B-** Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva.



**Figura 15** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 3 no qual foi utilizado o cimento resinoso para fixação Panavia Fluoro Cement com a superfície jateada e com a utilização do Alloy Primer. A fratura é do tipo mista com predominância coesiva. **A-** superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B-** Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva; c) poros.

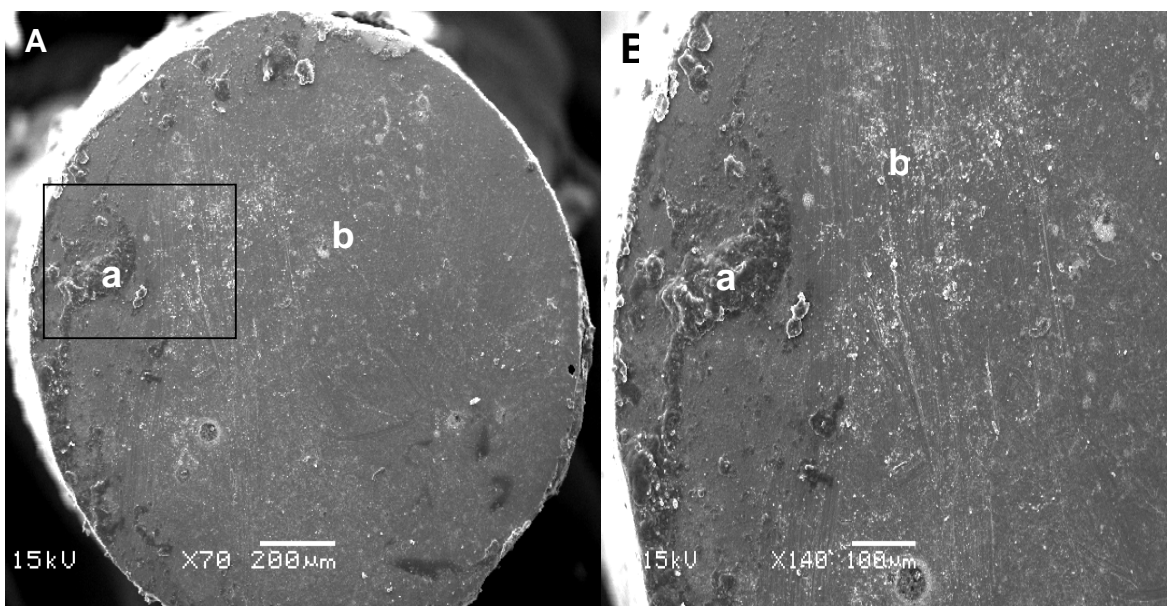


**Figura 16** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 4 no qual foi utilizado o cimento resinoso para fixação Panavia Fluoro Cement com a superfície jateada e sem a utilização do Alloy Primer. A fratura é do tipo mista com predominância coesiva. **A-** superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B-** Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva; c) poros.

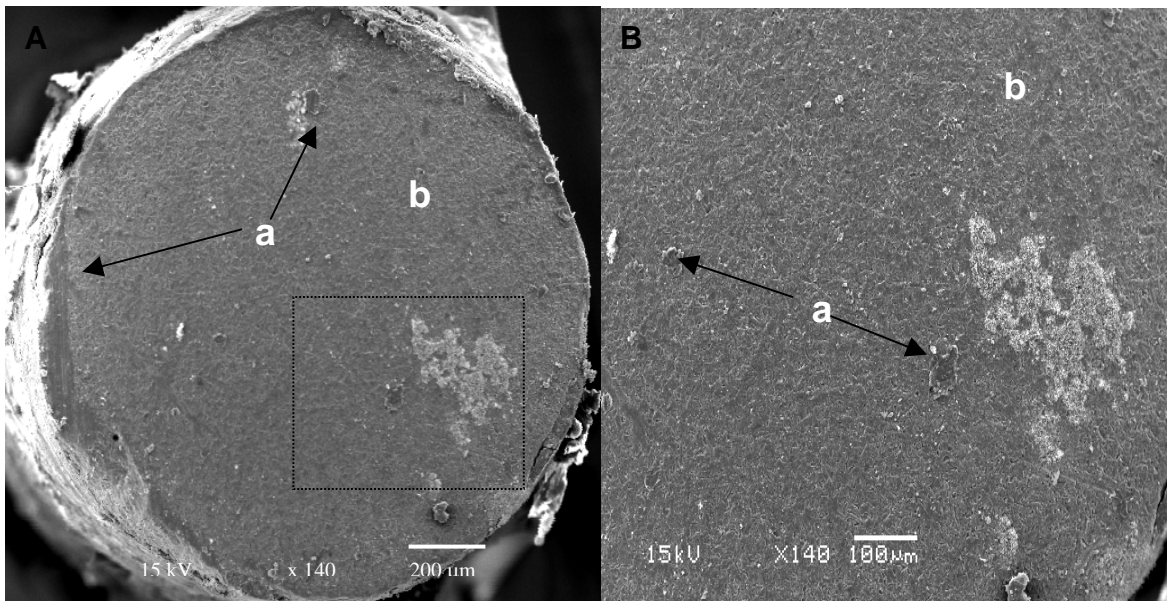


**Figura 17** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 5 no qual foi utilizado o cimento resinoso Rely X ARC com a superfície polida e com a utilização do silano. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva. **A**- superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B**- Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva.

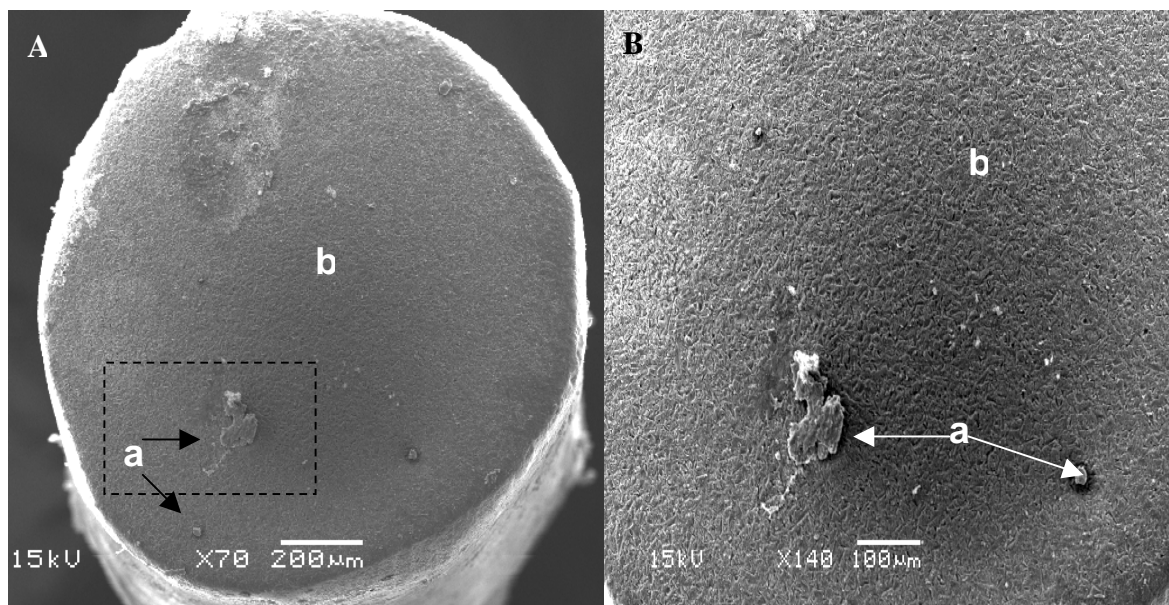




**Figura 18** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 6 no qual foi utilizado o cimento resinoso para fixação Rely X ARC com a superfície polida e sem a utilização do silano. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva. **A**- superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B**- Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva.



**Figura 19** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 7 no qual foi utilizado o cimento resinoso Rely X ARC com a superfície jateada e com a utilização do silano. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva. **A**- superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B**- Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva.



**Figura 20** - Fotomicrografias em microscopia eletrônica de varredura da região de fratura de corpo-de-prova representativa do Grupo 8 no qual foi utilizado o cimento resinoso Rely X ARC com a superfície jateada e sem a utilização do silano. A fratura é do tipo mista com predominância adesiva. **A-** superfície do cilindro de Titânio com restos de resina. **B-** Fotomicrografia em maior aumento da área demarcada em **A**. a) área de fratura coesiva no cimento resinoso; b) área de fratura adesiva.

## 6 - DISCUSSÃO

Por suas características como alta resistência à corrosão, excelentes propriedades mecânicas, baixa densidade, biocompatibilidade e capacidade de ósseointegração, o Titânio passou a ser utilizado como material para implantes odontológicos (BRANEMARK *et al.*, 1969). A partir da publicação de trabalhos científicos (ADELL *et al.*, 1981) atestando o sucesso clínico do uso do Titânio em implantes ósseointegrados, este passou a ser utilizado também como subestrutura metálica de próteses fixas unitárias e de múltiplos elementos em substituição às ligas de metais nobres e não-nobres (WATANABE, 1988; ANDERSSON *et al.*, 1989; TAIRA *et al.*, 1989; BERGMAN *et al.*, 1989).

Com a evolução dos sistemas de união dentinários, as resinas compostas passaram a ser utilizadas amplamente como material restaurador direto, apresentando excelentes resultados clínicos. Seguindo o princípio e a efetividade de união dos sistemas de união e das resinas compostas, surgiram os cimentos resinosos para fixação de restaurações indiretas com basicamente a mesma composição química das resinas compostas diretas : uma matriz orgânica composta de Bisfenol A-glicidil-dimetacrilato (Bis-GMA), co-polímeros e carga inorgânica (GOES, 1998). Atualmente, devido às propriedades de união química e mecânica com diversos substratos, os cimentos resinosos são utilizadas largamente na cimentação de restaurações metálicas, metalo-cerâmicas, cerâmicas ou poliméricas (KNIGHT *et al.*, 2000; CAUGHMAN *et al.*, 2001; HASELTON *et al.*, 2001). A união dos sistemas de fixação resinosos com metais

nobres ou não-nobres , segundo FERRARI *et al.* (1987), MUDFORD *et al.* (1997), WATANABE *et al.* (1999) e PETRIE *et al.* (2001), é efetiva e adequada para o uso clínico.

Assim, os diversos tipos de sistemas de cimentação resinosos passaram a ser utilizados com o Titânio. Desta forma o tratamento da superfície do metal para a união com estes sistemas começou a ter grande importância na retenção, estabilidade e durabilidade das restaurações confeccionadas com Titânio (LIVADITIS & THOMPSON, 1982; FERRARI *et al.*, 1987; MATSUMURA *et al.*, 1988; BARZILAY *et al.*, 1990; CAEG *et al.*, 1990; TAIRA *et al.*, 2000; SCHNEIDER, 2001; YANAGIDA *et al.* , 2002). A retenção mecânica produzida pelo jateamento com óxido de alumínio e a união química através do uso de condicionadores compostos por monômeros resinosos derivados de ácidos foram mecanismos desenvolvidos para aumentar a união dos cimentos resinosos tanto com as ligas de metais nobres como de metais não-nobres, passando a serem utilizados da mesma maneira no Titânio (AQUILINO *et al.*, 1991; ISIDOR *et al.* 1991; KERN & THOMPSON, 1993<sup>a</sup>; FITCHIE *et al.*, 1993; BREEDING & DIXON, 1996; DIAZ-ARNOLD *et al.*, 1996; OZCAN *et al.*, 1998; GOHARIAN *et al.*, 2002).

Neste estudo (Tabela 4 e Figura 8), o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement apresentou valores de resistência à tração estatisticamente superiores (13,40 MPa) em relação ao cimento resinoso Rely X ARC (7,60 MPa). A maior efetividade de união com o Titânio, seja pela maior força de ligação química provocada pelo Alloy Primer ou pela maior capacidade de escoamento sobre a superfície do metal, que o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement apresentou, é a principal causa desta diferença numérica e estatística, sendo comprovadas pelo

tipo de fratura predominante ocorrido nos Grupos 1 a 4 - Mista com predominância coesiva (Figuras 13 e 14) comparativamente aos do ocorrido nos Grupos 5 a 8 - Mista com predominância adesiva (Figuras 15 a 20). Considerando que, segundo os próprios fabricantes, a cadeia polimérica principal dos materiais é basicamente a mesma, é possível que as diferenças no potencial de união com o Titânio e a resistência coesiva residam no tipo e quantidade de carga inorgânica, responsáveis pelas propriedades mecânicas, e nas diferenças de capacidade de união química e/ou físicas existentes entre os cimentos resinosos. Além das diferenças no modo de fratura, pode-se observar nas fotomicrografias que nos Grupos 1 a 4 ( Grupos do Panavia Fluoro Cement) ocorreu a incorporação de bolhas de ar, resultando em poros dentro do corpo do cimento resinoso. Provavelmente, o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement propicia a maior incorporação de ar durante sua manipulação devido à sua maior viscosidade. Contudo, devido ao comportamento tixotrópico deste material, a sua viscosidade é diminuída durante a espatulação e inserção, o que não prejudica o excelente escoamento deste cimento resinoso sobre a superfície do Titânio.

Para que uma restauração indireta tenha sucesso clínico é necessário que o agente cimentante una-se efetivamente tanto com o material restaurador como com o substrato dental, tendo-se assim, retenção e selamento marginal adequados. Um dos métodos mais eficazes de aumentar esta união é a criação de retenções mecânicas através do jateamento com óxido de Alumínio (KOHLI *et al.*, 1990; KERN & THOMPSON, 1993<sup>b</sup>; MCCONNELL, 1993; KERN & THOMPSON, 1994; DIXON *et al.*, 1994, OZCAN *et al.*, 1998; GOHARIAN *et al.*, 2002). Comprovando a eficiência do jateamento com óxido de Alumínio 50 µm (Tabela 5

e Figura 9), o valor médio obtido no teste de tração nos Grupos jateados (12,26 MPa) foi estatisticamente superior aos Grupos polidos ( 8,77 MPa). Desta forma, torna-se evidente que o jateamento com óxido de Alumínio tem papel fundamental na união dos cimentos resinosos ao Titânio pois, as irregularidades criadas na superfície aumentam a área de contato do material cimentante ao substrato metálico, resultando no aumento da retenção mecânica. Além disto, segundo COBB *et al.* (2000) e GOHARIAN *et al.* (2002), o choque das partículas de óxido de Alumínio com a superfície metálica faz com que estas fiquem aprisionadas ao metal, aumentando em 30% a quantidade de óxidos na superfície dos metais. Como o mecanismo de união dos monômeros resinosos ácidos, contidos nos condicionantes metálicos dos sistemas de fixação resinosos, é baseado na ligação entre os óxidos metálicos e os radicais ácidos dos monômeros resinosos (OHNO *et al.*, 1998<sup>b</sup>), as partículas de óxido de Alumínio incluídas na superfície metálica fornece mais sítios de união para os condicionantes metálicos, aumentando a eficácia destes.

Além da união mecânica, a união química dos agentes cimentantes com o substrato é desejada para que, além de aumentar a eficiência, aumente a longevidade desta adesão. Recentemente foram desenvolvidos monômeros resinosos derivados de ácidos orgânicos (ácido carboxílico), inorgânicos (ácido fosfórico), silanos, titanatos e tionatos (ABOUSH *et al.*,1991; FUJISHIMA *et al.*,1995; TAIRA *et al.*, 1998; OKHUBO *et al.*, 2000; YANAGIDA *et al.*, 2002 e 2003; MATSUMURA *et al.*, 2003) para promover a união química dos cimentos resinosos com o substrato metálico. Neste trabalho foram utilizados como condicionadores de superfície o 10-MDP (Alloy Primer-Kuraray), monômero

resinoso derivado do ácido fosfórico, para o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement, e silano para o cimento resinoso Rely X ARC. Os valores médios do teste de micro-tração (Tabela 6 e Figura 10) dos Grupos nos quais foram utilizados os condicionadores (12,08 MPa) foi estatisticamente superior aos valores médios dos Grupos sem a utilização destes condicionadores (8,95 MPa). Assim, torna-se claro a eficiência destes condicionadores de superfície na promoção da união química dos cimentos resinosos com o substrato metálico, promovendo união com o metal através do mecanismo descrito por OHNO *et al.* (1998<sup>a</sup>), chamado de mecanismo de Bolger, onde ocorreria uma interação eletrostática entre os ácidos ou bases dos polímeros e os grupamentos hidroxila da superfície do metal, tendo como base os valores do ponto isoelétrico dos óxidos metálicos e a constante de dissociação ácido dos polímeros.

ABOUSH *et al.* (1991) e COBB *et al.* (2000) relataram que o mecanismo de união química do silano com o substrato metálico reside na afinidade do elemento Silício, principal componente deste tipo de condicionador, com óxidos metálicos. Desta forma, o mecanismo teria semelhança muito grande com o descrito por OHNO *et al.* (1998<sup>a</sup>), pois ocorreria a dissociação do radical Silanol (Si-OH), liberando a hidroxila para reagir com o hidrogênio da hidroxila adsorvida sobre a superfície metálica e o Silício reagiria com o oxigênio que permaneceu na superfície metálica (Figura 21 - Apêndice).

A análise estatística da interação dos fatores (Tabela 7 e Figura 11) mostrou que a utilização dos condicionadores de metal dentro do fator cimento resinoso provocou diferença estatisticamente significativa dentro dos Grupos onde foi utilizada o cimento resinoso Rely X ARC, sendo os maiores valores médios



apresentados pelos Grupos onde foi utilizado a silanização (9,92 MPa) e os menores pelos Grupos onde não houve a silanização (5,28 MPa). Fica comprovado nos valores apresentados a importância da utilização do agente condicionante como promovedor de união química entre o cimento resinoso Rely X ARC e o Titânio, uma vez que os Grupos silanizados apresentaram valores estatisticamente superiores aos Grupos não silanizados para o cimento Rely X ARC. Os resultados encontrados neste trabalho por ABOUSH *et al.* (1991) e COBB *et al.* (2000), onde o silano mostrou-se efetivo em promover união química dos cimentos resinosos com o substrato metálico, corroboram com os resultados encontrados por ABOUSH *et al.* (1991) e COBB *et al.* (2000). Já nos Grupos onde foram utilizados o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement não houve diferença estatisticamente significativa entre os Grupos onde houve a utilização do condicionador Alloy Primer (14,23 MPa) e dos Grupos em que este não foi utilizado (12,61 MPa). Talvez o desempenho semelhante destes Grupos resida na melhor união que o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement possui, advinda da sua capacidade de escoamento sobre a superfície do Titânio, independentemente da presença ou não do condicionador para metal.

O fator condicionante do metal (Tabela 8 e Figura 12) também provocou diferenças estatísticas dentro dos Grupos onde somente ocorreu o polimento da superfície. Os Grupos onde ocorreu uso dos condicionantes (10-MDP ou Silano) mostraram valores médios de resistência à tração (11,16 MPa) estatisticamente superiores aos Grupos onde estes não foram usados (6,37 MPa), demonstrando a sua importância na efetividade de união dos cimentos resinosos testados com o Titânio. Já nos Grupos onde ocorreu o jateamento, não houve diferença

estatísticas entre os Grupos testados (12,99 MPa) para os Grupos onde os condicionantes foram usados e (11,52 MPa) onde não foram utilizados. Provavelmente, possa ter ocorrido devido à grande efetividade que o jateamento possui em promover retenção mecânica dos cimentos resinosos testados à superfície do Titânio, chegando ao extremo de os condicionadores de metal não apresentar diferença estatística significativa. Ocorreu somente uma pequena diferença numérica maior para os Grupos com utilização dos condicionantes, mais provavelmente pela capacidade destes em melhorar o escoamento dos cimentos resinosos sobre superfície do Titânio.

A análise do modo de fratura dos espécimes após o teste de tração, independentemente dos diferentes fatores testados, sempre foi do tipo mista para todos os Grupos. Contudo, o tipo de fratura ocorrido na maior área dos corpos-de-prova foi diferente para cada cimento resinoso testado. Nas fotomicrografias eletrônicas, os espécimes dos Grupos 1, 3 e 4 (Panavia Fluro Cement) apresentaram fratura do tipo mista com predominância coesiva na sua maioria. Desta forma, é confirmada a efetiva capacidade de união ao Titânio do cimento resinoso Panavia Fluoro Cement, pois a resistência de união deste excederia a sua própria resistência coesiva (KOLODNEY JR *et al.*, 1992; MCCONNELL, 1993). Já o cimento resinoso Rely X ARC (Grupos 5 ao 8) o modo de fratura predominante também foi misto, porém com predominância adesiva, o que significa menor efetividade de união com o Titânio. Exceção é feita no Grupo 2, onde o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement não mostrou união efetiva com o Titânio como nos Grupos 1, 3 e 4, provavelmente pela ausência de qualquer fator, químico ou mecânico, que proporcionasse melhor união ao metal. Apesar da

diferença estatística apresentada no teste de tração, os fatores tratamento de superfície e uso de condicionadores para metal aparentemente não influenciaram o modo de fratura dos espécimes testados nos Grupos 5 ao 8. Compreende-se que as propriedades físicas e capacidade de união ao Titânio inerentes ao cimento resinoso Rely X ARC foram o fator determinante para que o padrão de fratura se repetisse nos Grupos 5 ao 8.

Com os resultados obtidos nesse estudo, fica evidente que o uso de condicionantes para metal e o jateamento de superfície promoveram a união mais efetiva dos cimentos resinosos Panavia Fluoro Cement e Rely X ARC ao Titânio comercialmente puro. Também fica evidenciado que o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement apresenta união mais eficaz ao Titânio comercialmente puro do que o Rely X ARC.

## **7 – CONCLUSÃO**

A análise dos resultados permite concluir que:

1 – O cimento resinoso Panavia Fluoro Cement mostrou valores de resistência à microtração superiores em relação ao cimento resinoso Rely X ARC;

2 – O tratamento superficial do metal com jateamento com óxido de Alumínio proporcionou valores de resistência à tração superiores em relação ao polimento;

3 – A aplicação do agente condicionante aumentou a resistência de união em relação às superfícies sem aplicação do agente condicionante;

4 – Nos corpos-de-prova fixados com o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement, as falhas foram mista com predominância coesiva. Já, os corpos-de-prova fixados com o cimento resinoso Rely X ARC, as falhas foram mista com predominância adesiva.



## REFERÊNCIAS \*

1. Aboush Y EY, Mudassir A, Eldertn RJ. Technical note : resin-to-metal bonds mediated by adhesion promoters. **Dent. Mater.** 1991 October, 7(4): 279-280.
2. Adachi M, Mackert JR Jr, Parry EE, Fairhurst CW. Oxide adherence and porcelain bonding to Titanium and Ti-6Al-V alloy. **J. dent. Res.** 1990 June, 69 (6): 1230-1235.
3. Adell R, Lekholm U, Rockler B, Branemark PI. A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. **Int. J. Oral Surg.** 1981 December , 10(6) : 387-416.
4. Andersson M, Bergman B, Bessing C, Ericson G, Lundquist P, Nilson H. Clinical results with Titanium crowns fabricated with machine duplication and spark erosion. **Acta odontol. scand.** 1989 October, 47(5): 279-286.

---

\* De acordo com a norma utilizada na FOP/UNICAMP, baseado no modelo Vancouver (2000). Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

5. Anusavice KJ. **Phillips: Materiais Dentários**. Rio de Janeiro : Guanabara-Koogan, 10ª Edição, 1998.
6. Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Piotrowski TJ. Tensile fatigue limits of prosthodontic adhesives. **J. dent. Res.** 1991 March, 70(3): 208-210.
7. Atta MO, Smith GN, Brown D. Bond strengths of three chemical adhesive cements adhered to a Nickel-Chromium alloy for direct bonded retainers. **J. prosth. Dent.** 1990 February, 63(2) : 137-143.
8. Barzilay I, Myers ML, Cooper LN, Graser GN. Panavia and 4-META bond to amalgam and Ni-Cr alloy. **J. dent. Res.** 1990 March, 69: 363. [Abstract 2038]
9. Berg E, Davik G, Hegdahl T, Gjerdet NL . Hardness , strength and ductility of prefabricated Titanium rods used in the manufacture of spark erosion crowns. **J. prosth. Dent.** 1996 April, 75(4) : 419-425.
10. Bergman B, Bessing C, Ericson G, Lundquist P, Nilson H, Andersson M. A 2-Year follow-up study of Titanium crowns. **Acta odontol. scand.**, 1990 April, 48(2): 113-117.
11. Bessing C, Bergman M. The castability of unalloyed Titanium in three different casting machines. **Swed. Dent. J.** 1992 June, 16(3): 109-113.

12. Blackman R, Barghi N, Tran C. Dimensional Changes in casting Titanium removable partial denture frameworks. **J prosth Dent** 1991 February, 65 (2) : 309-315.
13. Boening K W, Walter MH, Reppel PD. Non-cast Titanium restorations in fixed prosthodontics. **J. Oral Rehabil.** 1992 May, 19 (3): 281-287.
14. Branemark, P-I., Breine U, Adell R, Hansson BO, Lindstrom J, Ohlsson A. Intra-osseous anchorage of dental prostheses. I. experimental studies. **Scand. J. Plast. Reconstr. Surg.** 1969 March, 3 (2): 81-100.
15. Breeding LC, Dixon DL. The effect of metal surface treatment on the shear bond strengths of base and noble metals bonded to enamel. **J. prosth. Dent.** 1996 October, 76(4) : 390-393.
16. Burrow MF, Nikaido T, Satoh M, Tagami J. Early bonding of resin cements to dentin - effect of bonding environment. **Operative Dent.** 1996 September, 21(5): 196-202.
17. Caeg C, Leinfelder K, Lacefield WR, Bell W. Effectiveness of a method used in bonding resins to metal. **J. prosth. Dent.** 1990 July, 64(1):37-41.



18. Canay S, Hersek N, Culha A, Bilgic S. Evaluation of Titanium in oral conditions and its electrochemical corrosion behavior. **J. Oral Rehabil.** 1998 October, 25 (10): 759-764.
19. Caughman WF, Chan D, Rueggeberg F. Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations. **J. prosth. Dent.** 2001 May, 85 (5): 479-484.
20. Cobb DS, Vargas MA, Fridrich TA, Boushlicher MR. Metal surface treatment: characterization and effect on composite-to-metal bond strength. **Operat Dent.** 2000 September-October, 25(5): 427-433.
21. Diaz-Arnold AM, Keller JC, Wightman JP, Williams VD. Bond Strength and surface characterization of a Ni-Cr-Br alloy. **Dent. Mater.** 1996 January, 12 (1): 58-63.
22. Dixon DL, Breeding LC, Hughie ML, Brown JS . Comparison of shear bond strengths of two resins luting systems for a base and high noble metal alloy bonded to enamel. **J. prosth. Dent.** 1994 November, 72 (5) : 457-461.
23. Ferrari M, Cagidiaco MD, Breschi R. Microscopic examination of resin bond to enamel and retainer with a phosphate monomer resin. **J. prosth. Dent.** 1987 March, 57(3):298-301.

24. Ferenczi AM, Demri B, Moritz M, Muster B. Casted Titanium for dental applications : an XPS and SEM study. **Biomaterials** 1998 August, 19(16): 1513-1515.
25. Fitchie JG Zardiackas LD, Givan DA, Anderson L, Caughman WF. Tensile fatigue of two composite cements bonding three base metal alloys to bovine enamel. **Dent. Mater.** 1993 January, 9 (1): 28-32.
26. Fujishima A, Fujishima Y, Ferracane JL. Shear bond strength of four commercial bonding systems to cp Ti. **Dent. Mater.** 1995 March, 11(3): 82-86.
27. Givan DA, Fitchie JG, Anderson L, Zardiackas LD. Tensile fatigue of 4-META cement bonding three base metal alloys to enamel and comparison to other resins cements. **J. prosth. Dent.** 1995 April, 73(4):377-404.
28. Goes M F. Cimentos Resinosos. *In* **Restaurações de Resina Composta em Dentes Posteriores**. São Paulo: Artes Médicas, 1998. P. 169-176 [Série EAP/APCD].
29. Goharian R, Maleknejad F, Salari T, Ghavamnasiri M, Derhami M. Effect of adhesives on bond strength of porcelain veneer to base metal alloy. **Quintessence Int.** 2002 August, 33(8):595-599.

30. Hansson O. Strength of bond with comspan opaque to three silicoated alloys and Titanium. **Scand. J. Dent. Res.** 1990 June, 98(3): 248-256.
31. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Dunne Jr JT. Shear bond strength of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. **J. prosth. Dent.** 2001 November, 86(5): 526-531.
32. Imbery TA, Burguess JO, Naylor WP. Tensile strength of resin cements with various alloy surface treatments. **J. dent. Res.** 1991 May, 70: 390. [Abstract 998]
33. Isidor F, Hassna NM, Josephsen K, Kaaber S. Tensile bond strength of resin-bonded non-precious alloys with chemically and mechanically roughened surfaces. **Dent. Mater.** 1991 October, 7(4): 225-229.
34. Kern M, Thompson VP. Tensile bond strength of nine adhesive systems to pure Titanium. **J. dent. res.** 1993 May, 72: 368. [Abstract 2119]
35. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of dental alloys: volume loss, morphology and changes in the surface composition. **Dent. Mater.**, 1993 May, 9(5): 155-161.
36. Kern M, Thompson VP . Effects of sandblasting and silica-coating procedures on pure Titanium. **J. Dent.** 1994 October, 22(2):300-306.

37. King AW, Lautenschlager E, Gilbert J. A comparison of the hardness of different types of Titanium and conventional metal ceramics. **J. prosth. Dent.** 1994 September, 72(3): 314-319.
38. Knight JS, Sneed WD, Wilson MC. Strengths of composite bonded to base metal alloy using dentin bonding systems. **J. prost. Dent.** 2000 August, 84 (2) : 149-153.
39. Kohli S, Levine WA, Grisius RJ, Fenster RK. The effect of three different surface treatments on the tensile strength of the resin bond to nickel-chromium-beryllium alloy. **J. prost. Dent.** 1990 January, 63(1):4-8.
40. Kolodney Jr H, Puckett AD, Breazeale MS, Patterson KL, Lentz DL. Shear bond strengths of prosthodontic adhesive systems to a nickel-chromium-beryllium alloy. **Quintessence Int.** 1992 January, 23(1):65-69.
41. Kononen M, Rintanen J, Waltimo A, Kempainen P. Titanium framework removable partial dentures used for patient allergic to other metals: a clinical report and literature review. **J. prosth. Dent.** 1995 January, 73(1): 4-7.
42. Lautenschlager EP, Monaghan P. Titanium and Titanium alloys as dental materials. **Int. Dent. J.** 1993 June, 43(3): 245-253.

43. Livaditis GJ, Thompson VP. Etched castings : an improved retentive mechanism for resin-bonded retainers. **J. Prosth. Dent.** 1982 January, 47 (1): 52-58.
44. MC Connell R J. Metal-Resin Bonding. **CDA Journal** 1993 June, 21(6):38-42.
45. Matsumura H, Nakabayashi N. Adhesive 4-META / MMA-TBB opaque resin with poly(methyl methacrylate) - coated Titanium dioxide. **J. dent. Res.** 1988 January, 63(1): 29-32.
46. Matsumura H, Yoshida K, Tanaka T. Adhesive bonding of Titanium with a titanate coupler and 4-META/MMA-TBB opaque resin. **J. dent. Res.** 1990 September, 69(9):1614-1616.
47. Matsumura H, Tanaoue N, Yanagida H, Atsuta M, Koike M, Yoneyama T. Adhesive bonding of super-elastic titanium-nickel alloy castings with a phosphate metal conditioner and an acrylic adhesive. **J. Oral Rehabil.** 2003 June;30(6):653-658.
48. May KB, Van Putten MC, Bow DA, Lang BR. 4-META polymethyl methacrylate shear bond strength to Titanium. **Oper Dent.** 1997 January, 22(1) : 37-40.

49. Miller BH, Nakajima H, Powers JM, Nunn ME. Bond strength between cements and metals used for endodontics posts. **Dent. Mater.** 1998 September, 14(5): 312-320.
50. Mudford L, Curtis RV, Walter JD. An investigation of debonding between heat-cured PMMA and Titanium alloy (Ti-6Al-4V) **J. Dent.** 1997 September, 25(5): 415-421.
51. Ohno, H, Yamane Y, Endo K, Araki Y, Iizuka Y. Adhesion of adhesive resin to dental precious metal alloys: part I – new precious metal alloys with base metals for resin bonding. **Dent. Mater. J.** 1998 April, 17(4): 275-284.
52. Ohno H, Endo K, Yamane Y, Kawashima I. Adhesion of adhesive resin to dental precious metal alloys: part II – the relationship between surface structure of Au-In Alloys and adhesive ability with 4-META resin. **Dent. Mater. J.** 1998 April, 17(4): 285-293.
53. Okhubo C, Watanabe I, Hosoi T, Okabe T. Shear bond strength of PMMA to cast Titanium and Co-Cr frameworks using five metal primers. **J. prosth. Dent.** 2000 January, 83(1): 50-57.
54. Ozcan M, Pfeiffer P, Nergiz I. A brief history and current status of metal and ceramic surface conditioning concepts for resins bonding in dentistry. **Quintessence Int.** 1998 November, 29(11): 713-723.

55. Petrie CS, Eick D, Williams K, Spencer P. . A comparison of 3 alloy surface treatments for resin-bonded 4protheses. **J. Prosth.** 2001 December, 10(4): 217-223.
56. Rochette AL. Attachment of a splint to enamel of lower anterior teeth. **J. prosth. Dent.** 1973 October , 30(4): 418-423.
57. Schneider R. **Resistência de união de resinas compostas de dupla ativação ao Titânio c.p.** Piracicaba, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Unicamp, 2001. [Dissertação de Mestrado]
58. Smith RM, Barret MG, Gardner WA, Marshall T, MC Lean MJ, MC Michael DW *et al.* Effect of environmental stress and surface treatment on resin-to-metal bonds. **J.dent. Res.** 1991 May, 70: 391. [Abstract n° 999].
59. Strietzel R, Hosch A, Kalbfleisch H, Buch D. In vitro corrosion of Titanium. **Biomaterials**, 1998, 19(16): 1495-1499.
60. Syverud M, Hero H. Mold filling of Ti castings using investments with different gas permeability. **Dent. Mater.** 1995 January, 11(1): 14-18.
61. Taira M, Moser JB, Greener EH. Studies of Ti alloys for dental castings. **Dent. Mater.** 1989 January, 5(1): 45-50.

62. Taira Y, Imai Y. Primer for bonding resin to metal. **Dent. Mater.** 1995 January, 11(1): 2-6.
63. Taira Y, Matsumura H, Yoshida K, Tanaka T, Atsuta M. Adhesive bonding of Titanium with a metacrilate-phosphate primer and self-curing adhesives resins. **J. Oral Rehabil.** 1995 June, 22(6): 409-412.
64. Taira Y, Matsumura H, Atsuta M. Bonding of Titanium with acidic primers and a tri-n-butylborane-initiated luting agent. **J. Oral Rehabil.** 1997 May, 24(5): 385-388.
65. Taira Y, Matsumura H, Yoshida K, Tanaka T, Atsuta M. Influence of surface oxidation of Titanium on adhesion. **J. Dent.** 1998 January, 26(1): 69–73.
66. Taira Y, Suzuki S, Givan DA, Lacefield W, Atsuta M. Bond Strength of prosthodontic luting materials to Titanium after localized cyclic loading. **Am. J. Dent.** 2000 October, 13(5): 251-254.
67. Taggart WH. A new and accurate method of making gold inlays. **Dental Cosmos** 1907, 49: 1117-1121.



68. Tanaka T, Fujiyama E, Shimizu H, Takaki A, Atsuta M. Surface treatment of non-precious alloys for adhesion-fixed partial dentures. **J. prosth. Dent.** 1986 April, 55(4): 456-462.
69. Taylor JC, Hondrum SO, Prasad A, Brodersen CA. Effects of joint configuration for the arc welding of cast Ti-6Al-4V alloys rods in Argon. **J. prosthet. Dent.** 1998 March, 79(3) : 291-297.
70. Van Noort R. **Introduction to dental materials.** Londres: Mosby, 1ª Edição, 1994.
71. Wakabayashi N, Minoru A. A short-term clinical follow-up study of superplastic Titanium for major connectors removable partial dentures. **J. prosth. Dent.** 1997 June, 77(6): 583-587.
72. Wang RR, Fenton A. Titanium for prosthodontic applications : a review of literature. **Quintessence int.** 1996 June, 27(6): 401-408.
73. Watanabe F, Powers JM, Lorey RF. In vitro bonding of prosthodontic adhesives to dental alloys. **J. dent. Res.** 1988 February, 67(2): 479-483.
74. Watanabe I, Watanabe E, Yoshida K, Okabe T. Effect of surface contamination on adhesive bonding of cast pure Titanium and Ti-6Al-4V alloy. **J. prosth. Dent.** 1999 March, 81, (3): 270-276.

75. Waterstrat RM, Rupp NW, Franklin O. Production of a cast Titanium-base partial denture. **J. dent. Res.** 1978 January, 57: 254. [ Abstract 717].
76. Yanagida H, Matsumura H, Atsuta M. Bonding of prosthetic composite material to Ti-6Al-7Nb alloy with eight metal conditioners and a surface modification technique. **Am. J. Dent.**, 2001 October, 14(5): 291-294.
77. Yanagida H, Matsumura H, Taira Y, Atsuta M, Shimoe S. . Adhesive bonding of composite material to cast Titanium with varying surface preparations. **J. Oral Rehabil.**, 2002 February , 29(2) : 121-126.
78. Yanagida H, Taira Y, Shimoe S, Atsuta M, Yoneyama T, Matsumura H. Adhesive bonding of titanium-aluminium-niobium alloy with nine surfaces preparations and three self-curing resins. **Eur. J. Oral Sci.** 2003 April, 111(2):170-174.
79. Yilmaz H, Dinçer C. Comparison of the bond compatibility of Titanium and an Ni-Cr alloy to dental porcelain. **J. Dent.** 1999 March, 27(3): 215-222.
80. Yoshida K, Taira Y, Matsumura H, Atsuta M. Effect of adhesive metal primers on bonding a prosthetic composite resin to metal. **J. prosth. Dent.** 1993 April, 69 (4): 357-362.

81. Yoshida K, Taira Y, Sawase T, Atsuta M. Effects of adhesive primers on bond strength of self-curing resin to Cobalt-Chromium alloy. **J. prosth. Dent.** 1997 June, 77(6): 617-620.

## APÊNDICE

**Tabela 10-** Valores e médias (MPa) obtidos no ensaio de microtração dos Grupos testados

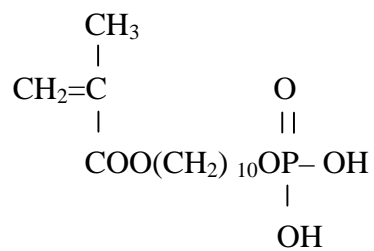
Corpos-de-Prova	Grupos							
	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3	Grupo 4	Grupo 5	Grupo 6	Grupo 7	Grupo 8
1	9,91	8,83	14,74	17,95	18,45	3,06	9,47	8,21
2	9,78	6,50	18,46	10,86	13,27	2,85	10,63	6,74
3	18,32	6,44	12,89	14,20	8,88	3,73	10,36	5,29
4	11,04	10,86	20,26	9,35	11,41	1,37	8,11	9,38
5	7,48	12,81	16,67	19,69	7,75	4,11	15,52	8,01
6	13,43	8,41	12,47	15,98	6,24	4,30	9,79	3,69
7	20,32	12,15	10,39	17,37	10,61	2,98	7,31	6,65
8	11,89	10,80	10,37	16,29	5,77	2,57	7,72	10,11
9	10,81	9,99	17,31	17,67	5,94	5,19	11,63	7,06
10	13,65	8,85	24,56	17,39	8,36	1,72	11,32	8,59
Média	12,664	9,564	15,812	15,675	9,668	3,188	10,186	7,373

**Tabela 11** – Análise de variância para os valores\* de resistência à microtração dos cilindros de Titânio unidos com as resinas compostas para fixação.

CAUSA DE VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
A.Resina Composta	1	18,0067	18,0067	85,8261
B.Tratamento de Superfície	1	6,8091	6,8091	32,4544
C.Condicionadores de Metal	1	6,2284	6,2284	29,6870
Interação Fator AXB	1	0,0654	0,0654	0,3116 NS
Interação Fator AXC	1	2,2135	2,2135	10,5502
Interação Fator BXC	1	1,9986	1,9986	9,5261
Interação Fator AXBXC	1	0,1760	0,1760	0,8388 NS
-----				
(TRATAMENTOS)	7	35,4976	5,0711	24,119
RESIDUO	72	15,1059	0,2098	
Média geral do ensaio	10,516			
Desvio padrão	0,458			
Coeficiente de variação	14,569			

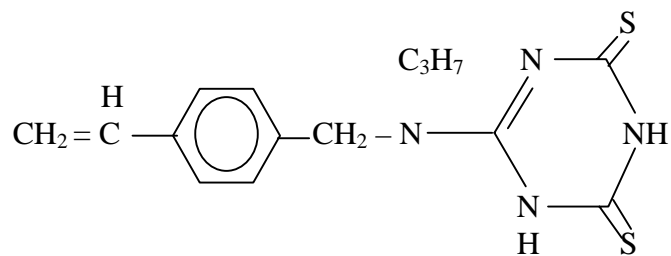
\*Valores originais transformados por raiz quadrada.

a)



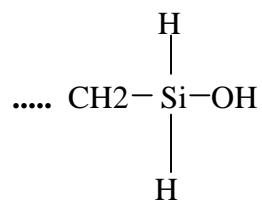
**MDP**

b)



**VBATDT**

c)



**Radical Silanol**

**Figura 21** – Estrutura química do 10-MDP, do VBATDT e do Radical Silanol. A)

MDP; b) VBATDT c) Radical Silanol.

**Tabela 12** – Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro- tração para o fator resina composta.

<i>Panavia Fluoro Cement</i>		Rely X ARC	
Média	3,618265525	Média	2,66940695
Erro padrão	0,092943968	Erro padrão	0,110710571
Mediana	3,5551975	Mediana	2,7811855
Modo	3,295451	Modo	#N/D
Desvio padrão	0,587829267	Desvio padrão	0,700195131
Variância da Amostra	0,345543247	Variância da amostra	0,490273222
Curtose	0,699260544	Curtose	-0,14391362
Assimetria	0,164610352	Assimetria	-0,13457912
Intervalo	2,418089	Intervalo	3,124876
Mínimo	2,537716	Mínimo	1,17047
Máximo	4,955805	Máximo	4,295346
Soma	144,730621	Soma	106,776278
Contagem	40	Contagem	40
Nível de confiança(95,0%)	0,187996735	Nível de confiança(95,0%)	0,223933047

**Tabela 13-** Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro- tração para o fator tratamento de superfície.

<i>Polido</i>		<i>Jateado</i>	
Média	2,85209445	Média	3,435578025
Erro padrão	0,127757477	Erro padrão	0,108403788
Mediana	2,9732135	Mediana	3,2779095
Modo	#N/D	Modo	#N/D
Desvio padrão	0,808009233	Desvio padrão	0,685605753
Variância da amostra	0,65287892	Variância da amostra	0,470055248
Curtose	-0,37259516	Curtose	-0,590392547
Assimetria	-0,173359239	Assimetria	0,093984178
Intervalo	3,337301	Intervalo	3,034868
Mínimo	1,17047	Mínimo	1,920937
Máximo	4,507771	Máximo	4,955805
Soma	114,083778	Soma	137,423121
Contagem	40	Contagem	40
Nível de confiança(95,0%)	0,258413635	Nível de confiança(95,0%)	0,219267142



**Tabela 14-** Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro- tração para o fator agente condicionante do metal.

<i>Com condicionantes</i>		<i>Sem condicionantes</i>	
Média	3,422862425	Média	2,86481005
Erro padrão	0,096942058	Erro padrão	0,138013692
Mediana	3,305253	Mediana	2,915435
Modo	#N/D	Modo	3,295451
Desvio padrão	0,613115407	Desvio padrão	0,872875231
Variância da amostra	0,375910502	Variância da amostra	0,761911168
Curtose	-0,192907701	Curtose	-0,78194106
Assimetria	0,518574399	Assimetria	-0,013529815
Intervalo	2,553723	Intervalo	3,266872
Mínimo	2,402082	Mínimo	1,17047
Máximo	4,955805	Máximo	4,437342
Soma	136,914497	Soma	114,592402
Contagem	40	Contagem	40
Nível de confiança(95,0%)	0,196083627	Nível de confiança(95,0%)	0,279158767

**Tabela 15-** Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro- tração para a interação dos fatores resina composta Panavia Fluoro Cement e agente condicionante do metal.

<i>Panavia Com Agente Condicionante</i>		<i>Panavia Sem Agente Condicionante</i>	
Média	3,730954	Média	3,505578
Erro padrão	0,129368	Erro padrão	0,131874
Mediana	3,627481	Mediana	3,390568
Modo	#N/D	Modo	3,295451
Desvio padrão	0,578552	Desvio padrão	0,58976
Variância da amostra	0,334722	Variância da amostra	0,347817
Curtose	-0,54114	Curtose	-1,22504
Assimetria	0,415723	Assimetria	-0,01532
Intervalo	2,220846	Intervalo	1,899626
Mínimo	2,734959	Mínimo	2,537716
Máximo	4,955805	Máximo	4,437342
Soma	74,61907	Soma	70,11155
Contagem	20	Contagem	20
Nível de confiança(95,0%)	0,270771	Nível de confiança(95,0%)	0,276016

**Tabela 16-** Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro- tração para a interação dos fatores resina composta Rely X ARC e agente condicionante do metal.

<i>Rely X ARC Com Agente Condicionante</i>		<i>Rely X ARC Sem Agente Condicionante</i>	
Média	3,114771	Média	2,224043
Erro padrão	0,10887	Erro padrão	0,132612
Mediana	3,103118	Mediana	2,175901
Modo	#N/D	Modo	#N/D
Desvio padrão	0,48688	Desvio padrão	0,59306
Variância da amostra	0,237052	Variância da amostra	0,351721
Curtose	0,542401	Curtose	-1,06379
Assimetria	0,677099	Assimetria	-0,03843
Intervalo	1,893264	Intervalo	2,009153
Mínimo	2,402082	Mínimo	1,17047
Máximo	4,295346	Máximo	3,179623
Soma	62,29543	Soma	44,48085
Contagem	20	Contagem	20
Nível de confiança(95,0%)	0,227867	Nível de confiança(95,0%)	0,277561

**Tabela 17-** Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro-tração para a interação dos fatores tratamento de superfície por polimento e agente condicionante do metal.

<i>Polido Com Agente Condicionante</i>		<i>Polido Sem Agente Condicionante</i>	
Média	3,2891795	Média	2,41500945
Erro padrão	0,1351993	Erro padrão	0,16916659
Mediana	3,2725775	Mediana	2,4079365
Modo	#N/D	Modo	#N/D
Desvio padrão	0,6046294	Desvio padrão	0,756536
Variância da amostra	0,3655768	Variância da amostra	0,57234672
Curtose	-0,3011736	Curtose	-1,3350278
Assimetria	0,4655022	Assimetria	0,00049044
Intervalo	2,105689	Intervalo	2,408636
Mínimo	2,402082	Mínimo	1,17047
Máximo	4,507771	Máximo	3,579106
Soma	65,783589	Soma	48,300189
Contagem	20	Contagem	20
Nível de confiança(95,0%)	0,2829754	Nível de confiança(95,0%)	0,35406986

**Tabela 18-** Resumo estatístico dos valores transformados (em MPa) obtidos no teste de micro- tração para a interação dos fatores tratamento de superfície por jateamento e agente condicionante do metal.

<i>Jateado Com Agente Condicionante</i>		<i>Jateado Sem Agente Condicionante</i>	
Média	3,5565454	Média	3,31461065
Erro padrão	0,1357213	Erro padrão	0,168172254
Mediana	3,3874	Mediana	3,121151
Modo	#N/D	Modo	#N/D
Desvio padrão	0,6069642	Desvio padrão	0,752089185
Variância da amostra	0,3684056	Variância da amostra	0,565638142
Curtose	-0,106841	Curtose	-1,22765384
Assimetria	0,6922972	Assimetria	-0,02268334
Intervalo	2,252104	Intervalo	2,516405
Mínimo	2,703701	Mínimo	1,920937
Máximo	4,955805	Máximo	4,437342
Soma	71,130908	Soma	66,292213
Contagem	20	Contagem	20
Nível de confiança(95,0%)	0,2840681	Nível de confiança(95,0%)	0,351988683

**ESTAT - SISTEMA PARA ANÁLISES ESTATÍSTICAS (VERSÃO 2.0)**  
**POLO COMPUTACIONAL - DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS**  
**UNESP - FCAV - CAMPUS DE JABOTICABAL**

MICROTRAÇÃO TITÂNIO

FATOR A = MATERIAL    FATOR B = TRAT SUPERFICIE    FATOR C =CONDICIONANTES

DADOS TRANSFORMADOS EM  $\sqrt{X + 0.00}$

ANALISE DE UM EXPERIMENTO FATORIAL    2X 2X 2

TRATAMENTO	NR	MÉDIA	VARIÂNCIA
111	10	3.5218	0.2901
112	10	3.0741	0.1266
121	10	3.9401	0.3193
122	10	3.9371	0.1939
211	10	3.0566	0.3615
212	10	1.7559	0.1164
221	10	3.1730	0.1314
222	10	2.6922	0.1392

QUADRO    A/B

(2)	1	2
B 1	6.5959	4.8125
B 2	7.8772	5.8651
TOTAIS	14.4731	10.6776

QUADRO    B/C

(2)	1	2
C 1	6.5784	7.1131
C 2	4.8300	6.6292
TOTAIS	11.4084	13.7423

QUADRO C/A			
(2)	1	2	
A 1	7.4619	7.0112	
A 2	6.2295	4.4481	
TOTAIS	13.6914	11.4592	25.1507

TESTE DE TUKEY PARA AS MÉDIAS DE A

TESTE DE TUKEY		
DMS(TUKEY) =	.2042	
TRAT.	MÉDIA	
1	3.6183	A
2	2.6694	B

TESTE DE TUKEY PARA AS MÉDIAS DE B

TESTE DE TUKEY		
DMS(TUKEY) =	.2042	
TRAT.	MÉDIA	
2	3.4356	A
1	2.8521	B

TESTE DE TUKEY PARA AS MÉDIAS DE C

TESTE DE TUKEY		
DMS(TUKEY) =	.2042	
TRAT.	MÉDIA	
1	3.4229	A
2	2.8648	B

DESDOBRAMENTO DE C DENTRO DE A

CAUSAS DE VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
C Dentro de A(1)	1	.5079	.5079	2.4210 NS
C Dentro de A(2)	1	7.9340	7.9340	37.8162 **
C Dentro de A	2	8.4419		

#### DESDOBRAMENTO DE A DENTRO C

CAUSAS DE VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
A Dentro de C(1)	1	3.7968	3.7968	18.0969 **
A Dentro de C(2)	1	16.4233	16.4233	78.2794 **
A Dentro de C	2	20.2201		

#### TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE C DENTRO DE A1

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
1	3.7310	A
2	3.5056	A

#### TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE C DENTRO DE A2

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
1	3.1148	A
2	2.2240	B

#### TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE A DENTRO DE C1

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888



TRAT.	MÉDIA	
1	3.7310	A
2	3.1148	B

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE A DENTRO DE C2

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
1	3.5056	A
2	2.2240	B

DESDOBRAMENTO DE C DENTRO DE B

CAUSAS DE VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
C Dentro de B(1)	1	7.6417	7.6417	36.4232 **
C Dentro de B(2)	1	.5853	.5853	2.7899 NS
C Dentro de B	2	8.2271		

DESDOBRAMENTO DE B D. C

CAUSAS DE VARIAÇÃO	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
B Dentro de C(1)	1	.7148	.7148	3.4072 NS
B Dentro de C(2)	1	8.0928	8.0928	38.5733 **
B Dentro de C	2	8.8077		

TESTE DE TUKEY PARA AS MÉDIAS DE C DENTRO DE B1

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
1	3.2892	A
2	2.4150	B

TESTE DE TUKEY PARA AS MÉDIAS DE C DENTRO DE B2

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
1	3.5565	A
2	3.3146	A

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE B DENTRO DE C1

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
2	3.5565	A
1	3.2892	A

TESTE DE TUKEY PARA MÉDIAS DE B DENTRO DE C 2

TESTE DE TUKEY  
DMS(TUKEY) = .2888

TRAT.	MÉDIA	
2	3.3146	A
1	2.4150	B